

Technická univerzita v Liberci

Fakulta textilní

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Stereologie vláknenných materiálů

Stereology of nanofibrous materials

2010

Ilona Pirichová

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní

Obor: 310 7R 011

Textilní materiály a zkušebnictví

Katedra textilních materiálů

Stereologie vláknenných materiálů

Stereology of nanofibrous materials

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Jiří Chaloupek Ph.D.

Konzultant:

Ing. Jitka Färberová

Číslo BP : 546

Rozsah práce a příloh: 79

Počet stran textu: 51

Počet obrázků: 69

Počet tabulek: 39

Počet příloh: 2

ANOTACE

Tato bakalářská práce se zabývá stereologií nanovláknenných útvarů. Teoretická část se zaměřuje na význam stereologie jako mladé vědní disciplíny v textilním průmyslu a na popis uplatnění různých stereologických metod.

Cílem experimentální části je vyrobit nanovláknenné útvary elektrostatickým zvlákňováním a stanovit pomocí obrazové analýzy parametry struktury u vybraných mikrosnímků. Cílem je také vyšetřit anizotropii dvojrozměrných nanovláknenných útvarů ruční stereologickou metodou a ověřit její funkčnost v praxi. Jako materiál pro výrobu nanovláknenných vrstev byl použit polyvinylalkohol s koncentrací 8%, 10%, 12% a 14%.

ANNOTATION

This Bachelor thesis is concerned with the stereology of the fibrous figures. The Theoretical part of this Bachelor thesis concentrates on the importance of the stereology as a beginning branch of science in the textile industry and it concentrates on the description of the using some different stereological methods.

The first object of my experimental part of this Bachelor thesis is producing some fibrous figures through the medium of the electrostatic spinning and through the medium the visual analyse to determine the parameters structure from some selected [photomicrographs](#).

The second object of my experimental part of this Bachelor thesis is analysing the anisotropy of the two-dimensional fibrous figures through the medium the manually operated stereological method and the confirmation of the utility of this stereological method.

We used the polyvinyl alcohol (concentration of 8%, 10%, 12% and 14%) for the production of the fibrous figures.

MÍSTOPŘÍSEŽNÉ PROHLÁŠENÍ

" Místopřísežně prohlašuji, že jsem svoji bakalářskou práci vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury. "

Datum: 8.1. 2010

Podpis:

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu mé bakalářské práce panu Ing. Jiřímu Chaloupkovi Ph.D. za jeho připomínky, rady a ochotu projevenou při vzniku této práce. Také děkuji slečně konzultantce Ing. Jitce Färberové za pomoc při měření obrazovou analýzou a za celkový zájem. Poděkování patří rovněž mému manželovi za velkou trpělivost, pevné nervy a psychickou podporu po celou dobu studia, synovi a dceři s přítelem za motivaci a pomoc. V neposlední řadě děkuji vedení SOŠT v Lounech za poskytnutí výborných podmínek pro studium při zaměstnání.

OBSAH

1. ÚVOD	10
1.1 CÍL	10
2. TEORETICKÁ ČÁST	11
2.1 Textilní materiály	11
2.2 Strukturní charakteristika textilií	11
2.3 Uplatnění stereologie	13
2.4 Strukturní prvky	14
2.5 Charakteristiky množin konvexního okruhu	16
2.5.1 Obsah množin konvexního okruhu	16
2.5.2 Míra hranice konvexního okruhu	17
2.5.3 Lineární charakteristiky množiny konvexního okruhu	17
2.5.4 Lokální charakteristiky hranice množiny konvexního okruhu	18
2.5.5 Eulerova – Poincarého charakteristika ν	19
2.6 Řezy, stereologické relace a odhady náhodných veličin	20
2.6.1 Řezy	20
2.6.2 Základní stereologické relace	21
2.6.3 Odhady náhodných veličin	22
2.6.4 Rozptyl odhadů	23
2.6.5 Poměrové odhady	23
2.7 Mřížky a testovací systémy	24
2.8 Metody pro zjišťování parametrů struktury dvojrozměrných objektů	25
2.8.1 Určování velikostí plošných obsahů bodovou metodou	25
2.8.2 Určování délky křivky v 2d	26
2.8.3 Určování počtu izolovaných částí objektu v 2d trojrozměrných objektů	27
2.8.4 Anizotropie rovinných vláknenných systémů	28
2.9 Charakteristiky struktury trojrozměrných objektů	29
2.9.1 Zjišťování objemu trojrozměrných objektů pomocí bodové metody	29
2.9.2 Plošné obsahy hranic trojrozměrných objektů	30
2.9.3 Zjišťování délky křivky v trojrozměrném prostoru	30
2.9.4 Disektory	31
2.9.5 Frakcionátory	32
2.10 Zjišťování hodnot strukturních prvků vláknenných útvarů obrazovou analýzou	32
2.11 Elektrostatické zvlákňování	33
2.11.1 Zvlákňování z hrotu	33

2.11.2 Zařízení nanospider.....	34
2.11.3 Zvlákňování z jehly.....	34
2.12 Výpočet porozity vlákných útvarů 2d.....	35
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	36
3.1 Příprava vzorků nanovlákných útvarů.....	36
3.1.1 Vyrobení nanovlákných útvarů elektrostatickým zvlákňováním.....	36
3.2 Vyhodnocení snímků elektronovým mikroskopem.....	38
3.3 Měření vybraných parametrů struktury obrazovou analýzou.....	39
3.3.1 Měření průměrů vláken.....	39
3.3.2 Měření průměrné velikosti plochy nevlákných útvarů.....	39
3.3.3 Měření celkové plochy pórů.....	40
3.4 Anizotropie rovinných vlákných útvarů.....	40
4. DISKUZE.....	42
4.1 Měření průměrů vláken.....	42
4.2 Měření průměrné velikosti plochy nevlákných útvarů.....	42
4.3 Měření celkového povrchu pórů.....	43
4.4 Porozita nanovlákných útvarů.....	43
4.5 Zjišťování anizotropie nanovlákných útvarů.....	43
4.5.1 Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod v jednom typu zvlákňování.....	43
4.5.2 Vliv rozdílné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod v jednom typu zvlákňování.....	46
4.5.3 Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u tří typů zvlákňování.....	48
5. ZÁVĚR.....	50
Seznam použité literatury.....	51

SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

$d(B)$	průměr množiny B
$[d]$	nestranný odhad vzdálenosti d
$2d$	dvojrozměrný prostor
$k(x)$	křivost v bodě x
$k_1(x), k_2(x)$	hlavní křivosti
l_o	průměrná délka volného úseku vláken mezi vaznými místy
p	podmíněná pravděpodobnost
$t\{A\}$	tloušťka množiny A
$var[\Theta]$	rozptyl odhadů Θ
$w(A, u)$	šířka množiny A ve směru u
z	parametr z
A_r	paralelní rozšíření n – rozměrných koulí o poloměru r
$A \oplus B$	Minkovského součet množin A a B
$(B_s)_r$	paralelní rozšíření s rozměrné množiny B koulí o poloměru r
E_w	střední hodnota veličiny w
E_3	trojrozměrný prostor
$I(B)$	počet průniků křivky B s testovacím systémem
K_1	střední křivost
K_2	Gausova křivost
$L(B)$	délka křivky B
$M_i(B)$	integrál křivosti množiny B
N_A, N_V	počet izolovaných částic v jednotkové ploše
Q	počet částic nebo bodů
$S(A)$	plošný obsah řezu A
$S(B)$	plošný obsah části tělesa B
$T(\Theta)$	texturní funkce
$V(K)$	objem trojrozměrného tělesa
$\frac{[V(Y)]}{[V(X)]}$	poměrný odhad objemů tělesa Y a tělesa X
Z	součinitel zaplnění
α_1, α_n	oblasti testovacího systému
∂B	hranice množiny B
Ω	referenční oblast
Γ	parametr Γ
ν	Eulerova – Poincarého charakteristika
PVAL	polyvinylalkol

1. ÚVOD

V této práci se zabývám hodnocením struktury vláknenných útvarů s využitím stereologických metod. Stereologie jako mladá vědní disciplína byla založena v roce 1961, v současnosti je využívána v mnoha odvětvích jako je nauka o textilním materiálu, v lékařství a podobně. Vláknenné útvary jsou ve své stavbě a svém chování podřízeny zákonům, které zkoumají přírodní vědy. V centru pozornosti moderní vědy je stále častěji otázka struktury a chování některých speciálních materiálů vytvořených člověkem. Asi kolem 18. století začaly vznikat nauky o zákonech, které platí ve výrobních činnostech a nauky o chování produktů výroby. Teorie procesů a teorie materiálů jsou exaktní technické vědní obory, protože používají stejné typy experimentálních i teoretických metod jako přírodní vědy, ale v centru pozornosti je určitý technologický proces nebo materiálový objekt. Teorie textilních vláknenných materiálů se dělí do tří částí: 1) teorie textilních vláken, 2) teorie textilních vláknenných útvarů – textilií, 3) teorie experimentálních metod a zkušebnictví.

K textiliím se dnes přistupuje jako k systému se složitou vnitřní strukturou, která je výsledkem její tvorby a příčinou jejího osobitého chování, proto se mluví o strukturní technologii různých vláknenných útvarů a postupně se tak vytváří společný základ strukturní teorie textilií. Vzhledem k rozsáhlému využití textilií v současnosti roste nebývalý tlak na znalost materiálových vlastností textilií a hledání vztahu mezi vlastností a strukturou materiálu. Nalezené hodnoty pomáhají určit optimální technologický postup při zpracování například netkaných textilií a významně ovlivňují kvalitu hotových výrobků.[1]

V teoretické části bakalářské práce se zabývám použitím stereologických metod ke zjišťování strukturních parametrů nanovláknenných vrstev, v experimentální části popisují výrobu nanovláknenných vrstev a přípravu jejich 2d obrazů s použitím elektronové mikroskopie, měření parametrů struktury obrazovou analýzou a postup při uplatnění stereologické metody pro vyšetření anizotropie vláken. Výsledky experimentů jsou porovnány s poznatky z rešeršní částí této práce.

1.1 CÍL

Teoretická část mé práce pojednává o významu stereologie při odhadu strukturních parametrů nanovláknenných materiálů. V experimentální části jsem se zaměřila na analýzu a popis realizace experimentů, v diskuzi na porovnání výsledků měření parametrů struktury obrazovou analýzou, na vliv koncentrace a vzdálenosti elektrod na změnu orientace vláken. Anizotropie vláken byla zjišťována praktickou ruční stereologickou metodou pomocí Steinerova kompaktu a výslednou podobou směrové růžice.

2. TEORETICKÁ ČÁST

Kapitoly v teoretické části popisují některé stereologické metody, seznamují nás například s Cavalieriho principem při určování objemu tělesa nebo s Buffonovou úlohou. Konstrukce křivky a vločky von Kochové je popsána jako důkaz kompaktní množiny, jejíž hranice je komplikovaná. Teoretická část popisuje mimo jiné také praktickou metodu při vyšetřování anizotropie rovinných vláknenných útvarů. Základem většiny kapitol je Lukášova práce [1], ve které je daná problematika dobře a názorně vysvětlena a poskytuje ucelený náhled na význam a náplň stereologie.

2.1 TEXTILNÍ MATERIÁLY

Textilní materiál může být plošný nebo délkový a je vyroben textilní technologií - tkaním, pletením, pletnotkaním. Tato bakalářská práce je zaměřena především na hodnocení nanovláknenných materiálů vyrobených elektrostatickým zvlákňováním. Nanomateriály jsou vyrobeny moderními nanotechnologiemi, které slibují široký a veskrze revoluční podklad pro různé průmysly. Výhodou je velký specifický povrch k poměru k objemu částic. Tento poměr výrazně ovlivňuje chemické a fyzikální vazby v materiálu. Chování nanočástic atomů je komplikovanější a řídí se kvantovou fyzikou. Problémem je možné zdravotní riziko při vdechnutí nanočástic.

2.2 STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKA TEXTILÍ

Parametry struktury se dělí na makroskopické /parametr se vztahuje k celé textilii/ a mikroskopické/ parametr se vztahuje jen ke strukturním prvkům textilie/. U textilního výrobku se určuje **tloušťka textilie**, značíme ji malým písmenem **t**, udává ji ČSN 80 0844, je to vzdálenost mezi lící a rubní stranou, která je stlačena dvěma rovnoběžnými destičkami, dále zjišťujeme **délku, šířku a plošný obsah** textilního výrobku. Délka L_0 je vzdálenost od začátku do konce vzorku, šířka vzorku W_0 je vzdálenost mezi pevnými kraji vzorku. Určování délky a šířky je stanoveno ČSN 800843. Plošný obsah vzorku A vypočítáme $A = L_0 \cdot W_0$. Vzorky mají obvykle tvar obdélníku, vystřihují se, neobsahují žádné kazy materiálu. Kvalitu vzorku stanoví ČSN 80 0072. [1]

U textilie se stanovují i globální parametry struktury, jako jsou **součinitelé zaplnění**. Nejprve si zavedeme $V(v)$ objem vláken v textilii, $V_{(p)}$ objem pojiva v textilii a $V_{(NT)}$ objem netkané textilie. Pomocí těchto veličin můžeme stanovit tři součinitele zaplnění :

Součinitel zaplnění netkané textilie vlákny:

$$Z_{(v)} = V_{(v)} / V_{(NT)}, \quad (1)$$

kde $Z_{(v)}$ označuje součinitele zaplnění NT vlákeny.

Součinitel zaplnění netkané textilie pojivem :

$$Z_{(p)} = V_{(p)} / V_{(NT)}, \quad (2)$$

kde $Z_{(p)}$ značí součinitele zaplnění NT pojivem.

Součinitel zaplnění netkané textilie :

$$Z_{(NT)} = (V_{(v)} + V_{(p)}) / V_{(NT)}, \quad (3)$$

symbol $Z_{(NT)}$ označuje součinitele zaplnění NT.

Pro odhad struktury NT je třeba ale ještě stanovit další parametry:

Parametr z je poměr mezi velikostí celkového povrchu vláken textilie, který je ve styku

s pojivem a celkovým povrchem vláken.

Parametr τ vyjadřuje podíl velikosti povrchu vláken zasažených pojivem a objemu pojiva.

Součinitel využití pojiva K stanoví využití pojiva v netkané textili.

Textura netkané textilie $T \Theta$ se stanovila z důvodu toho, že vlákna každé netkané textilie vykazují při bližším zkoumání přednostní orientaci do určitého směru. S texturní funkcí $T \Theta$ se blíže seznámíme v experimentální části této bakalářské práce při hodnocení rovinné anizotropie vlákných materiálů.[1]

Výše jmenované globální charakteristiky se mohou použít i jako charakteristiky lokální – mikroskopické, když je budeme vyšetřovat v mikroskopické oblasti textilie. Mezi časté lokální charakteristiky patří:

Průměrná délka volného úseku vláken mezi vaznými místy l_o a vyjádříme ji ze vztahu

$$l_o = \frac{\sum_{i=1}^n l_{oi}}{n}, \quad (4)$$

kde l_{oi} označuje délky volných úseků jednotlivých vláken a n je celkový počet vláken v textili.

Globální i mikroskopické parametry vždy závisí na hodnotě objemu, obsahu ploch či délek vláken a jsou vždy v určitém poměru k jiné veličině.[1]

Ke zjištění mikroskopických parametrů se používají elektronové mikroskopy.

Transmisní (TEM) mikroskop je elektronový mikroskop, který umožňuje pozorování tenkých preparátů (<100nm tloušťky) při vysokém rozlišení a zvětšení. Využívá nepohyblivého svazku elektronů a nikoliv viditelné světlo. Obraz vzniká, když proud elektronů prochází vzorkem. Dále je obraz zvětšen a zaostřen čočkami na objektivu a objeví se na obrazovce, fotografickém filmu nebo je detekován senzory.

Rastrovací (SEM) mikroskop pracuje s pohyblivým svazkem elektronů, k zobrazení povrchu vzorku dochází pomocí sekundárních elektronů (SE), odražených elektronů (BE), případně signálů z jiných detektorů.[8]

2.3 UPLATNĚNÍ STEREOLOGIE

Na rozdíl od jiných metod, stereologie usnadňuje odhady strukturních parametrů například u neprůhledných materiálů, kdy se studium provádí na řezech a kdy se zpravidla hodnotí jen určitá část vzorku, nebo když jsou na popis vnitřní struktury kladeny obzvlášť vysoké požadavky. Při vyšetřování struktury jsou používány různé metody, ta nejnovější – obrazová analýza našla uplatnění v mnoha oborech jako je například lékařství, biologie, nauka o textilním materiálu a jiné. [4] Stereologii můžeme proto definovat takto :

Stereologie je matematickou metodou statistického výběru a zpracování dat, která poskytuje odhady veličin popisujících n-rozměrné objekty z údajů získaných měřeními na řezech či projekcích těchto objektů. [1]

Například objem trojrozměrného tělesa lze vyjádřit sečtením objemů tenkých vrstev.

$$V(K) = \int_0^H a(z) dz; \quad (5)$$

kde $V(K)$ značí objem tělesa a $a(z)$ je plocha řezu tělesa.

Známý je i **Cavalieriho princip** z doby ze 17. století, který má platnost pro trojrozměrné i dvojrozměrné útvary. Spočívá v tom, že objemy dvou trojrozměrných nebo dvojrozměrných útvarů jsou si rovny, když jsou si rovny obsahy, délky jejich vzájemně odpovídajících si řezů, které mají nižší dimenzi než studovaný útvar.

Buffonova úloha je ukázka využití pravděpodobnosti a statistiky při určování struktury, aniž bychom museli nutně vyšetřovat velký počet řezů daného útvaru. Buffon zkoumal s jakou pravděpodobností náhodně hozená jehla určité délky protne osnovu rovnoběžek vzdálených od sebe o určitou vzdálenost. Délka jehly je menší než je vzdálenost rovnoběžek od sebe. Buffon odvodil tento vztah : $P = 2j / \pi d$, kde P označuje pravděpodobnost, j značí délku jehly a d vyjadřuje vzdálenost rovnoběžek od sebe. Při velkém počtu pokusů se odhaduje relativní četnost

$P^* = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{n}{N}$, n označuje počet příznivých pokusů a N je celkový počet pokusů.

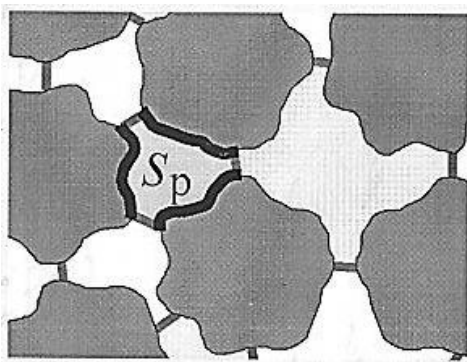
Z odvozeného vztahu se dá zjistit tak zvaný nestranný odhad vzdálenosti d , který označíme $[d]$, $[d] = \frac{2j}{\pi P^*}$.

V průběhu určování struktury textilie můžeme řešit odhady geometrických statistik struktury jako celku. Tyto veličiny nezávisí na prostorovém rozmístění strukturních složky a nesmějí na něm ani na tvarech strukturních prvků záviset použité postupy. Dále můžeme zjišťovat odhady vlastností jednotlivých izolovaných částí prvků struktury a charakterizovat prostorové rozložení prvků struktury. [1]

2.4 STRUKTURNÍ PRVKY

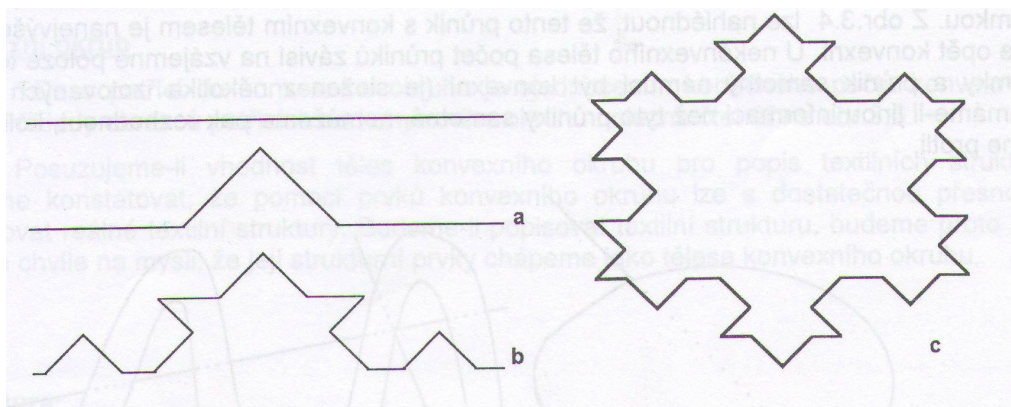
Materiály, které studujeme, mají velmi často vnitřní tvarovou a rozmanitou odlišnost. Například vlákna se mohou zdát náhodně orientovaná, ale při bližším zkoumání zjistíme přednostní orientaci do určitého směru, jsou více či méně zkadeřena a existují mezi nimi prostory, které nazýváme póry. Jejich rozpořádání je značně nerovnoměrné. Objem prostoru mezi vlákny určuje porozita, ale nestanoví velikost štěrbin mezi vlákny. Stejný objem vzduchu může být jen v několika málo velkých pórech, proto je třeba také stanovit střední velikost mezivláknenných pórů. Tvar mezivláknenných pórů je ve skutečnosti velice složitý, většinou se předpokládá, že mají tvar kapilár. Jemné póry jsou tvarově členitější než velké. Každý pór je v kontaktu s vlákny i okolními póry. Povrch pórů je zpravidla menší než je povrch vláken, styčné plochy vláken patří do povrchu vláken.

Ve skutečnosti ale neznáme uspořádání vláken v TVÚ ani fiktivní hranice pórů, které jsou patrné na obrázku 2.4.1, přijmeme fakt, že póry odpovídají soustavě válcových trubek, ale jejich objem a povrch odpovídá objemu a povrchu pórů ve vláknenném útvaru. [7]



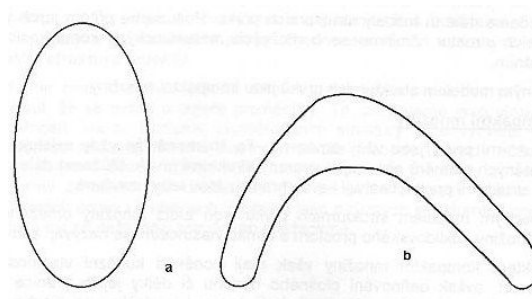
Obrázek 2.4.1: Hranice mezivláknenných pórů.[7]

Při zkoumání vláknenného útvaru se snažíme orientovat jen na ty složky, které souvisejí se studovanou vlastností, jsou prostorově omezené a odlišitelné, říkáme jim **strukturní prvky**, jejich sjednocením vznikne **vnitřní struktura objektu**, její řez nebo projekci nazýváme **indukovanou strukturou**. Strukturní prvky jsou omezené a mají svoji hranici, tudíž jsou uzavřené. Takovým prvkům se říká **kompaktní množiny**. Ty mají někdy velmi zvláštní vlastnosti, proto je velice složité definovat jejich obsah nebo délku jejich hranice. Příkladem je **vločka von Kochové**, kdy základním prvkem je úsečka, která se nazývá iniciátor. Prostřední třetinu této úsečky nahradíme dvěma úsečkami o délce $1/3$ a vznikne tak zvaný generátor. Má celkem 4 díly a každý tento díl nahradíme generátorem zmenšeným v poměru $1/3$, vzniklý útvar má již 16 dílů, v každém z nich nahradíme prostřední část generátorem zmenšeným v poměru $1/9$, pokud budeme takto pokračovat dále, vznikne nám vločka von Kochové. Postup této konstrukce je dobře vidět na obrázku 2.4.2.[1]

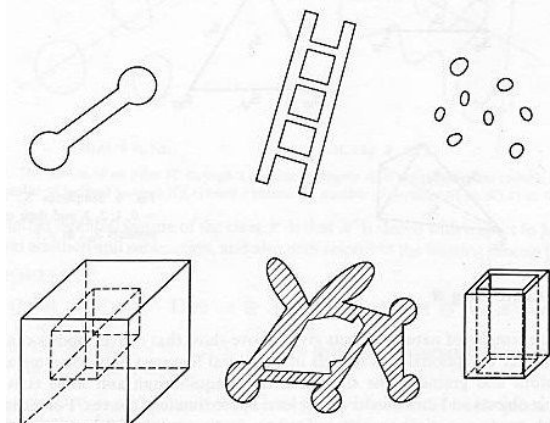


Obrázek 2.4.2: Postup konstrukce vločky von Kochové. [1]

Protože kompaktní množiny nesplňují dobře požadavky na hodnocení struktury, zavádí se pojem **konvexní tělesa** a **konvexní okruh**. U konvexního tělesa leží nejkratší spojnice vždy uvnitř, u nekonvexního tělesa je tomu naopak. Průnik konvexního tělesa přímkou je vždy jeden a je konvexní, u nekonvexního tělesa záleží počet průniků na vzájemné poloze tělesa a přímky. Pomocí konvexního okruhu jsme schopni poměrně přesně odhadnout strukturu vláknenného materiálu, strukturní prvky chápeme jako tělesa konvexního okruhu. Rozdíl mezi konvexním a nekonvexním tělesem je znázorněn na obrázku 2.4.3 a obrázek 2.4.4 ukazuje tělesa, která patří do konvexního okruhu. [1]



Obrázek 2.4.3: Konvexní (a) a nekonvexní tělesa (b).[1]



Obrázek 2.4.4 : Tělesa, která patří do konvexního okruhu.[5]

2.5 CHARAKTERISTIKY MNOŽIN KONVEXNÍHO OKRUHU

Dříve než začneme popisovat charakteristiky množin konvexního okruhu, je na místě si připomenout základní operace s množinami:

Sjednocení $A \cup B$, sjednocení množin A a B je množina všech prvků x, které patří do A nebo B, nebo do obou z nich.

Průnik $A \cap B \equiv B \cap A$, je to množina, která obsahuje všechny společné prvky x.

Rozdíl množin $A - B$, je množina všech prvků A, které nepatří do B.

Minkowského součet : $A \oplus B \equiv \{c, c^{\rightarrow} = a^{\rightarrow} + b^{\rightarrow}, a \in A, b \in B\}$, (6)

je to vektorové sčítání, když A a B jsou jednobodové množiny, tak $A \oplus B \equiv c$, $c=a+b$. Pokud jen B je jednobodová množina, tak $A \oplus B = g_t A$, kde $g_t \in \varphi_t$, je to určitý element skupiny, která představuje posunutí o vektor b. $A \oplus B$ můžeme definovat jako sjednocení množin $g_t A = A \oplus b$, kde $b \in B$. / $b \in B$ označíme jako U /

$$A \oplus B = U(A \oplus b). \quad (7)$$

B může být například n-rozměrná koule o poloměru r se středem v počátku, označíme ji $B = rU_n$. Pak platí :

$$A \oplus B = A \oplus rU_n = A_r. \quad (8)$$

Paralelní rozšíření A_r je sjednocení všech n-rozměrných koulí o poloměru r, které mají střed $s \in A$. [1]

2.5.1 Obsah množin konvexního okruhu

Častou charakteristikou bývá obsah strukturních prvků. Obsahem rozumíme délku křivky, plošný obsah dvojrozměrného tělesa, objem trojrozměrného tělesa. Zavedeme obecný pojem **s-obsah**. Pro výpočet obecného obsahu můžeme použít vztah pro výpočet objemu, který je definován pro všechny prvky h všech hranolů H.

$$V(h) = abc, \quad (9)$$

kde $V(h)$ je číslo, které nazveme funkcí a je přiřazeno každému hranolu h v množině H o hranách a,b,c. Funkcionál nezávisí na poloze h v prostoru, není to záporné číslo, je aditivní a je normovaný./ $abc = 1, V(h) = 1$ / Obsahy počítáme u řady množin, které patří do konvexního okruhu, kde platí stejné vlastnosti funkcí a, u množin nepatřících do konvexního okruhu mnohdy nejde zavést obsah vůbec.[1]

2.5.2 Míra hranice konvexního okruhu

Zavedeme s - obsah množiny $B_s (s \leq 2)$, který využijeme pro stanovení hranice množiny konvexního okruhu. Některé množiny B_s nelze vnořit do s – rozměrného prostoru.

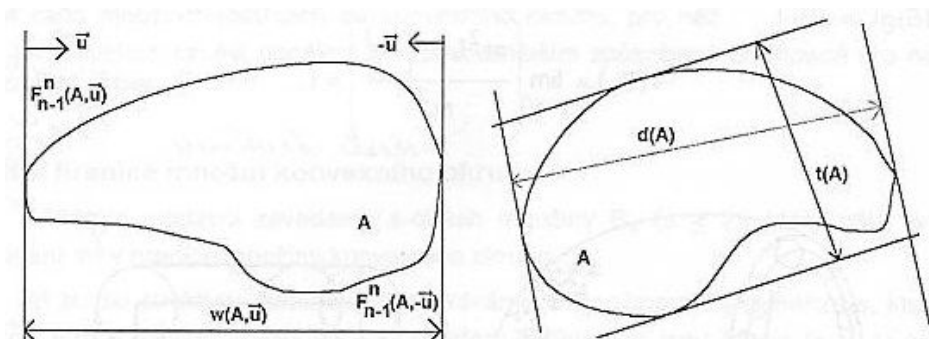
Například křivky ($s=1$) zakřivené v rovině nelze vnořit do s -rozměrného prostoru, ale lze je vnořit do prostoru dimenze $n=2$, pokud jsou zakřiveny v prostoru, lze je vnořit do prostoru $n=3$. Tyto křivky se používají jako geometrické modely vláken. Množiny B_2 s prostorem vnoření dimenze $n=3$ modelují povrchy těles a rozhraní dvou složek materiálů, například pojiva a vláken. Pro množiny B_s , které mají málo členité hranice, vypočítáme s -obsah podle vztahu:

$$V(B_s) = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{V[(B_s)r]}{V(rU_{n-s})}, \quad (10)$$

kde $(B_s)r$ je paralelní rozšíření B_s a $rU_{n-s} = (n-s)$ rozměrná koule o poloměru r . Paralelní rozšíření je sjednocení všech n -rozměrných koulí o poloměru r , jejichž střed s leží v množině B ./ tento pojem byl zaveden v předchozí kapitole/ [1]

2.5.3 Lineární charakteristiky množiny konvexního okruhu

Pro lepší představu o velikosti strukturních prvků je dobré stanovit lineární charakteristiky množiny, jako jsou šířka w , průměr d a tloušťka t . Jejich znázornění v množině je dobře patrné z obrázku 2.5.3, kde **šířka $w(A, u)$** ve směru u je vzdálenost opěrných nadrovin $F_{n-1}^n(A, u)$ a $F_{n-1}^n(A, -u)$, **průměr $d\{A\}$** je maximální hodnota šířky a **tloušťka $t\{A\}$** – je minimální hodnota šířky. **Střední šířka $w(A) = E[w\{A, u\}]$** je střední hodnota šířky a vztahuje se k souboru všech směrů u . [1]



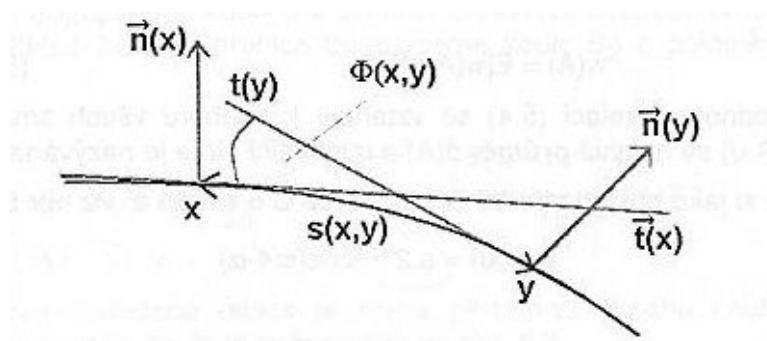
Obrázek 2.5.3: Lineární charakteristiky - šířka, tloušťka a průměr.[1]

2.5.4 Lokální charakteristiky hranice množiny konvexního okruhu

Zavedeme pojem **křivost křivky** $k(x)$, který můžeme charakterizovat jako míru změny tečny $\vec{t}(x)$ a normály $\vec{n}(x)$, jejichž směry se budou v každém bodě x spojitě a diferencovatelně měnit / Diferencovatelnost je vlastnost funkce mít každý bod ve svém definičním oboru derivatelný. Diferencovatelnost nelze stanovit u nespojitých nebo samostatných bodů, ostrých hrotů grafu, protože v takových bodech by existovalo mnoho řešení a to nelze, protože diferenciál může být pro každý bod jen jeden, nebo jedna derivace. / Vysvětlení křivosti křivky je znázorněno na obrázku 2.5.4, kde $\varphi(x, y)$ je úhel mezi tečnami v bodech x a y a $s(x, y)$ je délka oblouku křivky mezi těmito body. A tedy pro křivost křivky platí vztah:

$$k(x) = \lim_{x \rightarrow y} \left(\frac{\Phi(x, y)}{s(x, y)} \right). \quad (11)$$

V každém bodě křivky platí, že $k=1/r$, čím je křivost větší, tím se křivka rychleji odklání od své tečny, pokud je křivka kružnice o poloměru r , platí $s(x, y) = r\Phi(x, y)$.



Obrázek 2.5.4: Křivost křivky.[1]

Při vyšetřování křivosti trojrozměrného tělesa, stanovíme pomocí normálového řezu normálové roviny N_1 a N_2 , které jsou navzájem kolmé a jsou to **hlavní normálové roviny**. Křivost, která odpovídá N_1 , označíme $k_1(x)$, křivost odpovídající N_2 označíme $k_2(x)$ a jsou to **hlavní křivosti**. Tyto křivosti zprůměrujeme podle vztahu:

$$K_0 = (k_1 + k_2) / (k_1 + k_2) = 1, \quad (12)$$

$$K_1 = (k_1 + k_2) / 2, \quad (13)$$

$$K_2 = k_1 k_2. \quad (14)$$

K_1 se nazývá **střední křivost** a K_2 je **Gausova křivost**, jejich plošné integrály M_i se nazývají integrály křivosti a patří mezi důležité globální charakteristiky plochy. V následujícím vztahu je ∂B hranice množiny B :

$$M_i(B) = \int_{\partial B} K_i(x) d(\partial B). \quad (15)$$

Pro kouli, kterou označíme například C, platí tyto vztahy:

$$K_0(C) = 1, K_1(C) = 1/r, K_2(C) = 1/r^2, M_0(C) = 4\pi r^2, M_1(C) = 4\pi r, M_2(C) = 4\pi.$$

Integrál M_i se vztahuje k hodnotě střední šířky konvexních trojrozměrných těles.

Střední šířka koule C je $w(C) = 2r = (2\pi)^{-1} M_1(C)$.

Vztah

$$M_1(B) = 2\pi w(B) \quad (16)$$

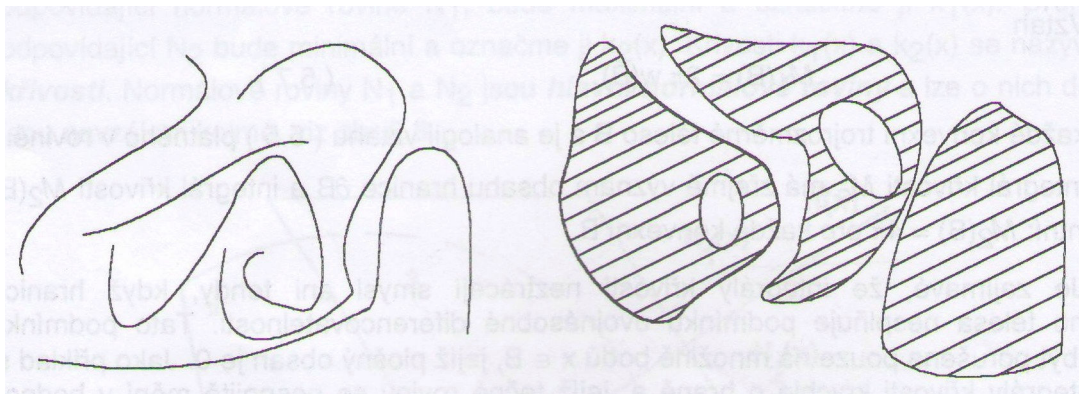
platí pro všechna konvexní trojrozměrná tělesa B v rovině, M_0 označuje obsah hranice množiny B a $M_2(B)$ je konstanta pro každé konvexní B.[1]

2.5.5 Eulerova – Poincarého charakteristika ν

Výše jmenovaná charakteristika stanovuje souvislost množiny, značíme ji ν , čím je tato souvislost větší, tím je hodnota ν nižší a naopak. Souvislost nezávisí na velikosti tělesa, ale záleží na tom, zda množina obsahuje dutiny a jaké jsou, a souvisí s tím, kolik izolovaných částí tvoří hranici množiny. Dutiny mohou být otevřené nebo uzavřené. Souvislost vyšetříme nejlépe na řezu trojrozměrnou množinou, koule bez dutiny nebo s dutinou uzavřenou se rozpadne na dvě části, koule s otevřenou dutinou se rozpadne jen v některých případech, protože je souvislejší. Hodnota ν záleží i na dimenzi množiny a pro určení této hodnoty je třeba dodržet určitá pravidla. U jednorozměrných množin bude množina A tvořena N izolovanými vlákny : $\nu = N$, u dvourozměrných množin je množina A tvořena N izolovanými částmi, ve kterých je celkem N' dutin: $\nu = N - N'$, trojrozměrné množiny mají množinu A tvořenou N izolovanými částmi, ve kterých je, N' otevřených dutin a N'' uzavřených dutin: $\nu = N + N' - N''$. Pro mezikružší a kouli s otevřenou dutinou platí, že $\nu = 0$, a pro obrazec bez děr je $\nu = 1$. Pro kouli s uzavřenou dutinou je stanovena hodnota $\nu = 2$. Pro množiny konvexního okruhu je hodnota integrálu Gausovy křivosti $M_2(A)$ úměrná $\nu(A)$:

$$M_2(A) = 4\pi\nu. \quad (17)$$

Na obrázku 2.5.5 je znázorněna jednorozměrná množina s pěti izolovanými vlákny, její $\nu = 5$ a dvourozměrná množina se třemi izolovanými částmi a dvěma dutinami, $\nu = N - N' = 1$. [1]



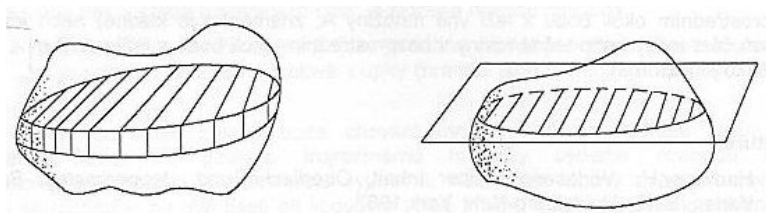
Obrázek 2.5.5: Jednorozměrná množina tvořená pěti izolovanými vlákny, dvojrozměrná množina se třemi izolovanými částmi a dvěma dutinami. [1]

2.6 ŘEZY, STEREOLOGICKÉ RELACE A ODHADY NÁHODNÝCH VELIČIN

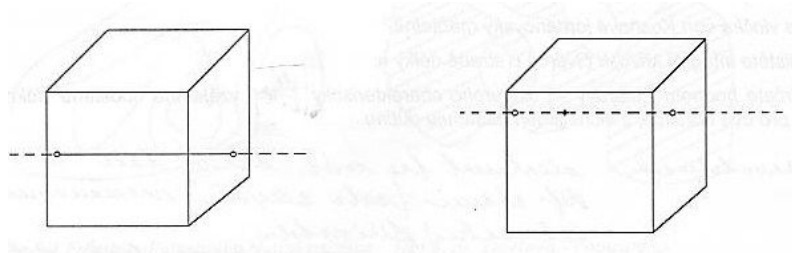
Řezy nebo projekce tenkých vrstev zkoumaných objektů mají velký význam pro zjišťování odhadů parametrů struktury nanovláknenných útvarů. Postupy při vyšetřování těchto parametrů popisují níže uvedené kapitoly.

2.6.1 Řezy

Mnoho materiálů, u kterých potřebujeme určit strukturní parametry, je neprůhledných, proto studium jejich struktury je možné jen pomocí řezů nebo projekcí tenkých vrstev objektu, jak už bylo uvedeno v kapitole 2.3, která se zabývá náplní stereologie. Při správném postupu je u řezu zachována vzájemnost strukturních prvků. Řez chápeme jako průnik dvou těles a podle dimenze můžeme získat řez trojrozměrný, to je průnik trojrozměrného tělesa jiným trojrozměrným tělesem, dvojrozměrný řez je průnik tělesa rovinou, oba řezy znázorňuje obrázek 2.6.1. Jednorozměrný řez vznikne průnikem přímky tělesem, pokud vybereme z průniku přímky a tělesa jen jeden bod, mluvíme o nulazměrném řezu, jak to ukazuje obrázek 2.6.2. [1]



Obrázek 2.6.1: Trojrozměrný a dvojrozměrný řez. [1]



Obrázek 2.6.2: Jednorozměrný a nulazměrný řez. [1]

K tomu, abychom mohli dobře stanovit strukturu daného objektu, potřebujeme znát čtyři charakteristiky, ty souvisí s objemem, velikostí povrchu, s lineární charakteristikou a s počtem izolovaných částí studovaného objektu. Strukturu, která vznikne řezem struktury původní, nazýváme **indukovanou strukturou**. Trojrozměrný řez obsahuje trojrozměrnou indukovanou strukturu, obsahuje tedy všechny čtyři potřebné charakteristiky. Dvojrozměrný řez obsahuje informace jen o třech charakteristikách: o plošném obsahu, délkou hranice a ν / nemůžeme určit ν původní struktury / Jednorozměrný řez nese informaci o dvou charakteristikách: délce a ν / nemůžeme určit ν původní struktury ani původní lineární charakteristiku. Nulazměrnému řezu přiřazujeme jen ν , nese informaci jen o velikosti objemu objektu. [1]

2.6.2 Základní stereologické relace

Umožňují určit vlastnost trojrozměrného tělesa K z konvexního okruhu v závislosti na střední hodnotě vlastnosti jeho řezu. Vlastnost trojrozměrného tělesa vyjádříme tak, že jeho konstantu vynásobíme střední projekční charakteristikou a střední hodnotou řezu.[1]

Například objem $V(K)$ tělesa můžeme vypočítat jako určitý integrál, kde $a(z)$ je plocha řezu tělesa a H je délka průmětu tělesa do osy z . Levá strana integrálu má charakter trojrozměrného tělesa, pravá strana je dvojrozměrná charakteristika a vazbu obou charakteristik vyřeší integrování. Tento vztah je znám již z kapitoly 2.3.

$$V(K) = \int_0^H a(z) dz.$$

Můžeme také psát:

$$V(K) = \int_0^H a(z) dz = \lim_{n \rightarrow \infty} \sum_{i=1}^n a_i dh = dh \lim_{n \rightarrow \infty} \sum_{i=1}^n a_i = ndh \lim_{n \rightarrow \infty} \sum_{i=1}^n \frac{a_i}{n} = H \bar{a}, \quad (18)$$

kde \bar{a} je střední hodnotou plošného obsahu řezu tělesa K, index i odlišuje ekvidistantně vzdálené řezy v různých místech tělesa K, n značí počet řezů kolmých k ose z, jejich vzdálenosti jsou dh. Plošný obsah závisí na orientaci řezu, která může být různá a na umístění řezu. Po úpravách předchozího vztahu, má poslední výraz tvar:

$$V(K) = \bar{H}(K) \bar{a}, \quad (19)$$

kde \bar{a} je střední hodnota vlastnosti řezu \mathbf{a} , $\bar{H}(K)$ je střední šířka $w(K)$ a zároveň střední projekční charakteristika.

Hodnotu trojrozměrného obsahu $V(K_3)$ zjistíme i použitím řezů menší dimenze než 2. Můžeme použít jednorozměrné řezy:

$$V(K_3) = \int_P L dP = \bar{S}(P) \bar{L}, \quad (20)$$

kde \bar{L} značí střední délku jednorozměrného řezu, P je kolmá projekce tělesa K, dP je elementární ploška projekce a $\bar{S}(P)$ je střední plošný obsah projekce. Trojrozměrný obsah můžeme zjišťovat i jednoduchou metodou, a sice projekcí tělesa K_3 do E_3 . Zmíněné relace platí i pro nekonvexní množiny, zůstává stejná projekční charakteristika pro nekonvexní množiny, mění se význam vlastnosti řezu a tělesa.[1]

2.6.3 Odhady náhodných veličin

Náhodnou veličinu značíme ξ a je nestranným odhadem veličiny Θ , když platí vztah:

$$\Theta = E\xi. \quad (21)$$

Odhady náhodných veličin se značí hranatými závorkami a můžeme odhadovat objem, plošný obsah hranice ∂K_3 trojrozměrného tělesa (K_3), střední šířku, plošný obsah dvourozměrného tělesa R nebo délku hranice B(R) dvourozměrného objektu R. Například odhadem střední šířky je šířka :

$$[w(K)] = w(K, n^{-1}). \quad (22)$$

Odhadem plošného obsahu dvojrozměrného obsahu tělesa R:

$$[S(R)] = w(R).L(\text{řezu}) = S(R)\nu \text{ (nula rozměrného řezu). [1]}$$

2.6.4 Rozptyl odhadů

Rozptyl odhadu označujeme $\text{var}[\Theta]_1$ a vyjadřujeme ho vztahem:

$$\text{var}[\Theta]_1 = E(\xi - E\xi)^2, \quad (23)$$

kde ξ značí náhodnou veličinu a $\Theta = E\xi$.

My můžeme vytvořit jiný odhad veličiny Θ jako střední hodnotu souborů n náhodných nezávislých a stejně rozdělených veličin, pak rozptyl $\text{var}[\Theta]_2$ odhadujeme jako rozptyl odhadu $[\Theta]_1$ dělený počtem n veličin. [1]

2.6.5 Poměrové odhady

Poměrové odhady mohou být někdy výhodným řešením při vyšetřování struktury. Příkladem poměrového odhadu může být objemový podíl tělesa obsaženého v jiném tělese.

Poměrovým odhadem objemů nebo objemových podílů je podíl velikostí plošných obsahů řezů. Níže uvedený vztah dokázal již v roce 1847 francouzský geolog Delles a patří mezi základní stereologické relace.[1]

$$\frac{[V(Y)]}{[V(X)]} = \frac{a_y}{a_x}, \quad (24)$$

kde Y je těleso, které je obsaženo v tělese X , a_y označuje velikost plošného obsahu tělesa Y , a_x značí velikost plošného obsahu tělesa X .

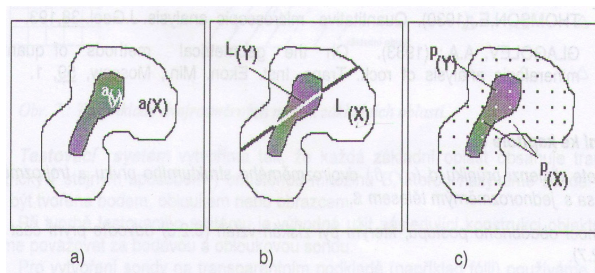
Plošný i objemový podíl lze také určit pomocí délkových podílů:

$$\frac{[V(Y)]}{[V(X)]} = \frac{a(y)}{a(x)} = \frac{L(y)}{L(x)}, \quad (25)$$

kde $L(x)$ a $L(y)$ jsou délky tětív. Plošný i objemový podíl může být stanoven i bodovou metodou:

$$\frac{[V(Y)]}{[V(X)]} = \frac{a(y)}{a(x)} = \frac{L(x)}{L(x)} = \frac{P(x)}{P(y)}, \quad (26)$$

kde $P(x)$ je celkový počet bodů černobílých, $P(y)$ jsou černé body. Znázornění všech tří variant poměrových odhadů je vidět na obrázku 2.6.3



Obrázek 2.6.3: Znáznornění odhadu objemového zaplnění trojrozměrného tělesa X tělesem Y pomocí poměrů a) plošných b) délkových c) bodových. [1]

2.7 MŘÍŽKY A TESTOVACÍ SYSTÉMY

Mřížky a testovací systémy se používají k proměřování vybraných částí objektu X periodicky uspořádanými sondami B .

Mřížka základních oblastí je tvořena oblastmi, které se značí $\alpha_0, \alpha_1, \alpha_2, \dots$.

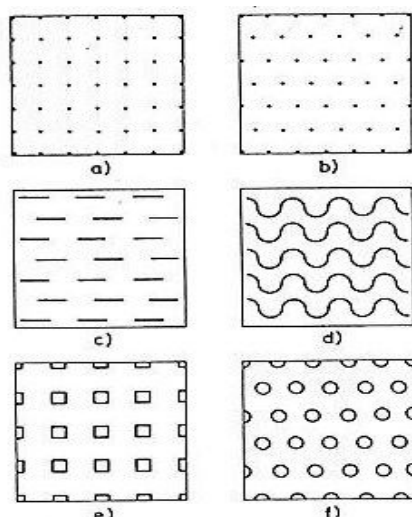
Oblastí rozumíme sjednocení souvislé otevřené množiny s částí její hranice. Oblasti mají tyto vlastnosti

- a/ každý bod E_n patří do jediné oblasti α_i
- b/ všechny oblasti jsou translačně shodné

V **testovacím systému** každá základní oblat obsahuje stejným způsobem umístěnou množinu B , které se říká sonda. Ta může být vytvořena bodem, obloukem nebo obrazcem. V testovacích systémech je bod jako průsečík dvou hranic linie a oblouk má podobu části hranice linie. Na obrázku 2.7.1 jsou znázorněny bodové, přímkové a prostorové testovací systémy. [1]

Mezi tak zvané koherentní CTS patří :

- a/ Čtvercový CTS s jedním bodem a dvěma lineárními segmenty od celkové délky $2u$ až po prostor u^2 .
- b/ Obdélníkový CTS se 4 body a dvěma lineárními segmenty od celkové délky $2u$ až po prostor $2\sqrt{3}u^2$.
- c/ Obdélníkový CTS se 2 body a dvěma polokruhovými segmenty od celkové délky πu až po prostor $2u^2$.
- d/ Kosodélníkový CTS s 12 body a 6 lineárními segmenty s různou orientací a s celkovou délkou 6μ až po prostor $6\sqrt{3}u^2$.
- e/ Obdélníkový CTS . [5]



Obrázek 2.7.1: Jednoduchý bodový, přímkový a prostorový testovací systém.[5]

Pro stanovení vnitřní struktury objektu je důležité vycházet z rovnoměrně náhodných a izotropních řezů, ze kterých se pořizují mikrosnímky a pak se na nich provádí měření pomocí dvojrozměrných testovacích systémů. Systémem pohybujeme v řezu tak, aby zvolený bod v objektu procházel jedinou základní oblastí α_0 testovacího systému. Současně provádíme při každé poloze zvoleného objektu pootočení mřížky tak, aby byla izotropně náhodná vzhledem k řezu. Někdy je vhodné použít integrované testové systémy, které spočívají v kombinaci několika sond, například bodové, lineární nebo dvourozměrné. [1]

2.8 METODY PRO ZJIŠŤOVÁNÍ PARAMETRŮ STRUKTURY DVOJROZMĚRNÝCH OBJEKTŮ

V níže uvedených kapitolách jsou popsány vybrané metody pro zjišťování strukturních charakteristik dvojrozměrných objektů.

2.8.1 Určování velikostí plošných obsahů bodovou metodou

Již ve 30. letech minulého století bylo známo, že plošné obsahy dvojrozměrných objektů lze stanovit studiem nularozměrných řezů těchto objektů. To můžeme vysvětlit na následujícím příkladě, kdy máme nějakou referenční oblast, kterou nazveme Ω a v ní je obsažena část tělesa B . Naším úkolem je zjistit plošný obsah B , který se nachází v uvedené oblasti Ω . Nejdříve je třeba zjistit

pravděpodobnost p neprázdného průniku nulazměrného řezu oblasti Ω s tělesem B . Plošný obsah Ω označíme $S(\Omega)$ a plošný obsah tělesa B označíme $S(B)$.

Pro podmíněnou pravděpodobnost platí tento vztah:

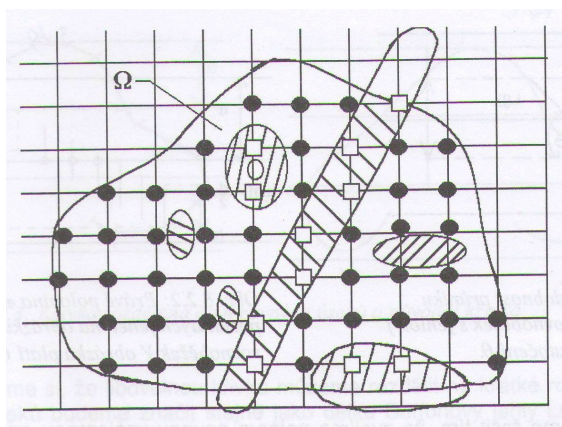
$$p = \frac{S(B)}{S(\Omega)}. \quad (27)$$

Při provedených n měřeních, získáme plošný obsah části tělesa B :

$$[S(B)] = \frac{I}{n} S(\Omega), \quad (28)$$

kde $I = [np]$, což je počet neprázdných průniků nulazměrných řezu tělesa B , které je obsaženo v referenční oblasti Ω .

Postup můžeme zjednodušit tím, že použijeme testovací systém s bodovými sondami, který pokládáme na zkoumaný objekt tak, že mřížka základních oblastí obsahuje beze zbytku oblast Ω , tak, jak je to uvedeno na obr. 2.8.1, pak n vyjadřuje celkový počet sond testovacího systému v referenční oblasti a I vyjadřuje počet sond uvnitř $B \subset \Omega$. [1]



Obrázek 2.8.1: Testovací systém s bodovými sondami pro zjišťování plošného obsahu dvourozměrných objektů, které se nachází uvnitř referenční oblasti Ω . [1]

2.8.2 Určování délky křivky v 2d

K určení délky křivky nám může pomoci **Buffonova úloha**, která řeší, jak odhadnout délku křivky z počtu jejich průsečíků se skupinou rovnoběžně vzdálených přímek. O Buffonově úloze již bylo pojednáno v kapitole 3. Představíme si křivku, kterou můžeme rozdělit na rovné a krátké úseky stejné délky $L(j)$, délka těchto úseků je menší než je vzdálenost rovnoběžných přímek od sebe d . Celkový počet těchto

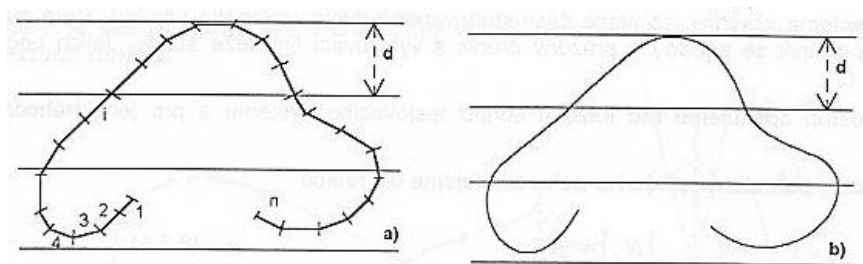
úseků, které skládají křivku, je n . Křivka původní a křivka rozdělená do n úseků je znázorněna na obrázku 2.8.2. Zjistíme počet průniků $I(B)$ křivky B s testovacím systémem podle vztahu:

$$I(B) = np = n \frac{2L(j)}{\pi d}, \quad (29)$$

kde součin $nL(j)$ je roven délce křivky B , kterou máme označenou $[L(B)]$. Po úpravě můžeme psát:

$$[L(B)] = \frac{\pi}{2} d I(B). \quad (30)$$

Tento vztah platí pro izotropní vlákenné systémy.[1]



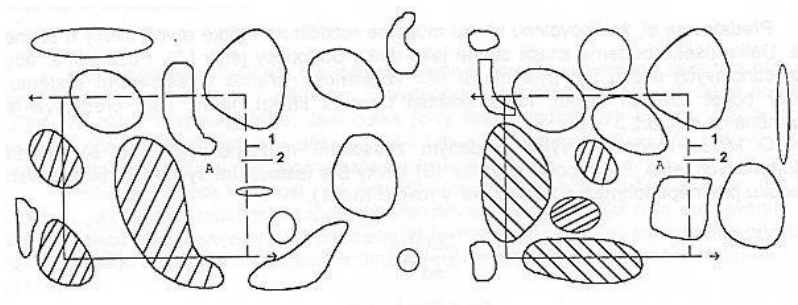
Obrázek 2.8.2: Křivka rozdělená do n úseků a původní křivka.[1]

2.8.3 Určování počtu izolovaných částí objektu v 2d

Pro odhad izolovaných částí v 2d objektu užíváme testovací systém s vylučovací čarou, sonda A tohoto systému je dvourozměrná a má tvar obdélníka. Její plošný obsah označíme $S(A)$. Vylučovací čára je pak nekonečná spojitá, 2x zalomená linie, která prochází dvěma sousedními stranami obdélníka. Sondy i vylučovací linii umísťujeme do mříže základních oblastí, tím vznikne testovací systém, který je znázorněn na obrázku 2.8.3. Počet izolovaných částí objektu označíme N_A , pro zjištění tohoto počtu je třeba sečíst všechny izolované části objektu, které mají neprázdný průnik se sondou a prázdný průnik s vylučovací linií téže sondy a tento počet označíme Q . Popsaný postup opakujeme pro každou sondu testovacího systému a pro jeho náhodné polohy. Izolované části odhadujeme pomocí vztahu:

$$[N_A] = \frac{\bar{Q}}{S(A)}, \quad (31)$$

kde \bar{Q} značí střední počet izolovaných částí, které připadají na sondu testovacího systému. [1]



Obrázek 2.8.3: Testovací systém na měření počtu částic v jednotkové ploše. Vylučovací čára je přerušovaná.[1]

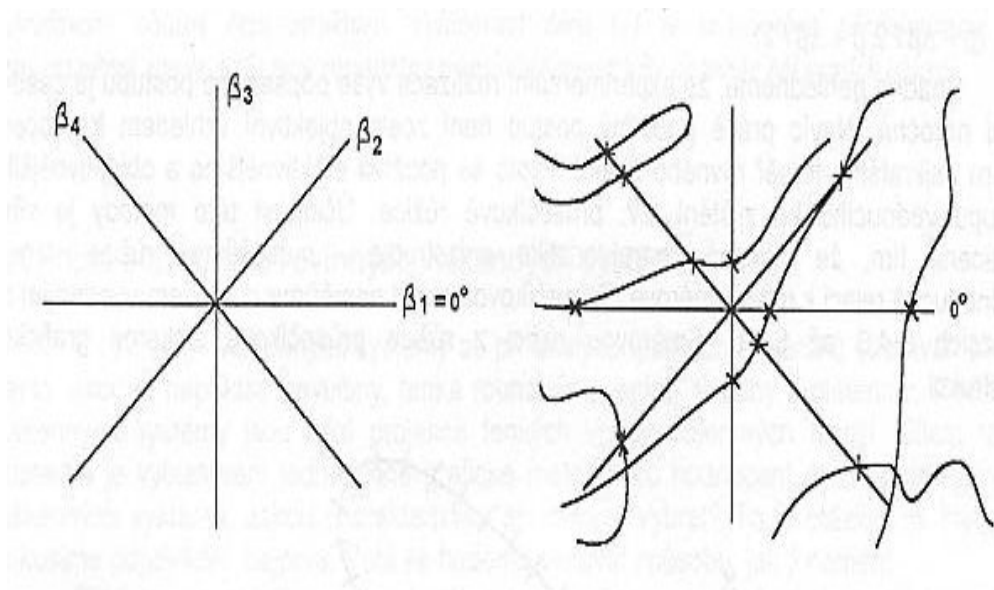
2.8.4 Anizotropie rovinných vlákenných systémů

Rovinné vlákenné útvary mohou být rouna, pavučinky, tkaniny, pleteniny, netkané textilie. Hodnocení anizotropie těchto útvarů patří mezi významné charakteristiky, proto se hledala jednoduchá a objektivní grafická metoda pro hodnocení anizotropie. A co je v tomto případě charakteristikou anizotropie? Charakteristikou anizotropie je úhlová hustota délek nitě $f(\beta)$, ta určuje délku úseku nitě, které směřují do úhlového rozmezí podle vztahu:

$$L(\beta, \Delta\beta) = L \int_{\beta - \Delta\beta/2}^{\beta + \Delta\beta/2} f(\beta) d\beta, \quad (32)$$

kde $L(\beta, \Delta\beta)$ je délka úseku nitě, $f(\beta)$ značí směrovou růžici, které se také říká texturní funkce a $\beta \pm \Delta\beta/2$ je úhlové rozmezí.[1]

V následujícím textu se budu věnovat stanovení směrové růžice jednoduchou grafickou metodou pomocí Steinerova kompaktu. Tato metoda bude ověřována v experimentální části této práce. Nejprve je důležité vyrobit tak zvanou síť úhlů na transparentní fólii. Tu přikládáme na různá místa studovaného objektu a zjišťujeme počty vláken, která protnou tuto síť v různých směrech úhlů. Je důležité, aby ramena sítě byla stejně dlouhá. Síť úhlů a průsečíky sítě najdeme na obrázku 2.8.4. Průměrné hodnoty v různých směrech vynásíme do polárního programu a tento program vždy při nanášení dané hodnoty pootočíme o 90° oproti síti úhlů. Tímto způsobem nám vznikne **průsečíková růžice**. V nanesených hodnotách průsečíkové růžice vztyčíme kolmice, které vymezí v rovině mnohoúhelník, ten musí být konvexní a středově symetrický, nazývá se **Steinerův kompakt**. Vzdálenosti jednotlivých vrcholů mnohoúhelníka určují hodnoty texturní funkce a nanášíme je v souhlasném směru se Steinerovým kompaktem do připravené sítě úhlů. Výsledkem je **směrová růžice**, z které je patrná přednostní orientace vláken do určitého směru.[1]



Obrázek 2.8.4: Sít' úhlů a průsečíky sítě s vlákny.[1]

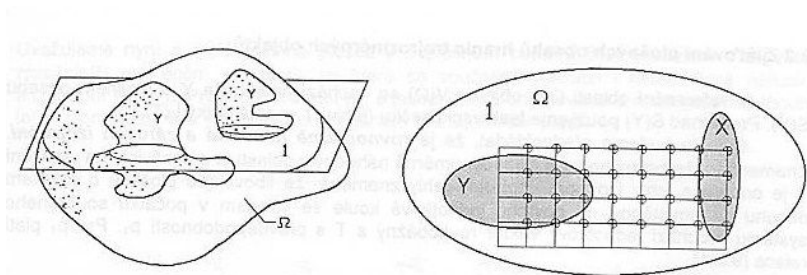
2.9 CHARAKTERISTIKY STRUKTURY TROJROZMĚRNÝCH OBJEKTŮ

Stereologie jako mladá vědní disciplína se zabývá zjišťováním strukturních parametrů nejen dvojrozměrných, ale i trojrozměrných vlákných útvarů. Obsahem uvedených kapitol je popis zjišťování vybraných parametrů struktury u nanovlákných vrstev.

2.9.1 Zjišťování objemu trojrozměrných objektů pomocí bodové metody

Máme referenční oblast Ω a v ní obsažené těleso Y . K odhadu $V(Y)$ použijeme izotropní a rovnoměrně náhodné dvojrozměrné řezy, ve kterých provedeme nularozměrné řezy pomocí testovacího systému s bodovou sondou tak, jak je to znázorněno na obrázku 2.9.1. Celkový počet sond v dvourozměrném řezu v oblasti Ω je n , počet sond obsažených v řezu tělesa Y je Q . Poměrový odhad pak určíme pomocí vztahu:

$$[V(Y)]/[V(\Omega)] = \frac{Q}{n}. \quad (33)$$



Obrázek 2.9.1: Náhodný a izotropní dvojrozměrný řez v referenční oblasti, obsahující objekt Y a rozmístění bodových sond v řezu. [1]

2.9.2 Plošné obsahy hranic trojrozměrných objektů

V této kapitole se zaměřím na praktické určování plošného obsahu. Postupujeme tak, že si ze vzorku připravíme izotropní a rovnoměrně náhodný řez, přes který přeložíme integrovaný testovací systém, ten je vytvořený z testovacích jehel. Zjišťujeme počet průsečíků těchto jehel s hranicí Y objektu X. Počet průniků bodových sond s referenční oblastí na řezu A je značen P, počet průniků testovacích jehel s hranicí Y je označen Q. Plošný obsah řezu $S(A)$ lze odhadnout podle vztahu:

$$[S(A)] = \frac{a}{L} L(ref), \quad (34)$$

kde $L(ref)$ je celková délka testovacích jehel v řezu A, symbol a značí plošný obsah základní oblasti testovacího systému, na kterou připadá testovací sonda délky L . [1]

2.9.3 Zjišťování délky křivky v trojrozměrném prostoru

V kapitole je opět uveden jen praktický postup. Připravíme si izotropní a rovnoměrně náhodné řezy objektu a použijeme testovací systém s vylučovací linií pro měření počtu částic ve 2d.

Provedeme náhodnou vzájemnou polohu testovacího systému a řezu. Plošný obsah každé testovací oblasti je roven a . Počet objektů vnitřní struktury započítávaných testovacím systémem je Q , symbol p značí celkový počet základních oblastí testovacího systému, p_{ref} je počet základních oblastí, které mají nenulový průnik bodové sondy v jejich pravém rohu s řezem objektu. Tento postup si snadno můžeme ověřit na obrázku 2.9.2. Délku křivky určíme podle vztahu:

$$\frac{[L]}{[V]} = \frac{2Q}{S} = \frac{2Q}{ap_{ref} / p}, \quad (35)$$

kde symbol a značí plošný obsah základních oblastí testovacího systému, Q je celkový počet objektů započítávaných při dané poloze testovacích systémů, p značí celkový počet základních oblastí testovacího systému a p_{ref} je počet základních oblastí, ve kterých je počet objektů zjišťován.[1]

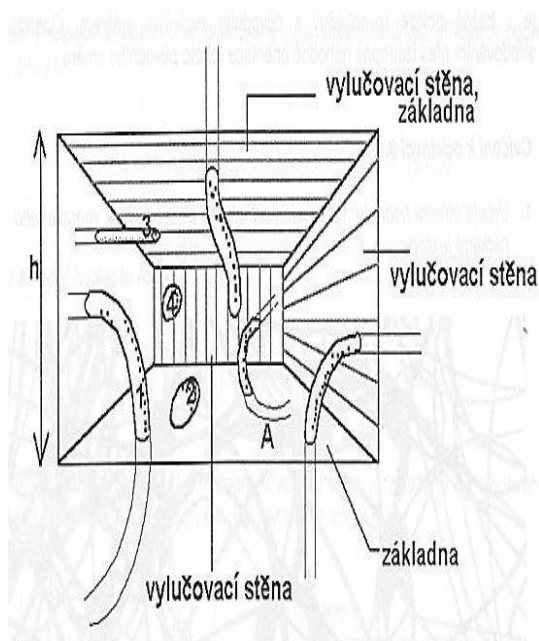
2.9.4 Disektory

Disektory jsou významným nástrojem pro zjišťování počtu částic. Tvoří je trojrozměrné sondy, nevyžadují se předpoklady o tvaru a velikosti částic. Disektor si můžeme představit jako sondu ve tvaru hranolu. Měření provádíme na větším počtu disektorů, které mají stejný plošný obsah základen, ale různou výšku. Základna má nejčastěji tvar hranolu. Důležitým prvkem disektoru je **vylučovací stěna**, tu znázorňuje mimo jiné obrázek 2.9.4. Cílem je určit počet částic, které připadají na objem, sem řadíme částice s neprázdným průnikem s oblastí disektoru ve tvaru hranolu a a které zároveň neprotínají žádnou vylučovací stěnu. Objemovou hustotu částic N_v stanovíme ze vztahu:

$$[N_v] = \frac{Q}{V(dis)}, \quad (36)$$

kde $V(dis)$ je objem disektoru, Q udává počet započítávaných částic.

Jednotlivé údaje sčítáme a dělíme celkovým objemem všech disektorů, nebo údaje zpracujeme s vahou výšky. První odhad nazýváme slabě vychýlený, druhý nazýváme nestranným.[1]



Obrázek 2.9.4: Disektor, jeho výška je označena h , tři vylučovací stěny jsou vyšrafované.[1]

2.9.5 Frakcionátory

Jsou zjednodušujícím principem disektoru a patří mezi nejjednodušší stereologické metody zjišťování počtu izolovaných částí objektů. Studovaný objekt rozdělíme na libovolný počet N dílů, které mohou mít různý tvar i objem, pak provedeme prostý výběr m dílů z celkového počtu N . Celkový počet částic Q odhadneme pomocí vztahu:

$$[Q] = \frac{N}{m} Q_m, \quad (37)$$

Q_m je střední počet částic, které připadají na jeden díl z prostého výběru $m < N$ dílů, Vypočítáme je ze vztahu:

$$Q_m = \frac{\sum_{i=1}^m Q_i}{m}, \quad (38)$$

kde Q_i označuje počet částic v i -tém dílu. Nemusíme znát rozměry trojrozměrné sondy, je důležité, aby vzorky byly odebírány z celého objektu a výběr vzorků byl prostý. Rozptyl hodnot frakcionátu je velký, proto volíme rozměry dílů tak, aby rozdíly mezi hodnotami Q_i byly co nejmenší.[1]

2.10 ZJIŠŤOVÁNÍ HODNOT STRUKTURNÍCH PRVKŮ VLÁKENNÝCH ÚTVARŮ OBRAZOVOU ANALÝZOU

Obrazová analýza patří mezi nejnovější metody zjišťování parametrů struktury vlákených útvarů, její význam je i v řadě jiných oborů. Obrazová analýza je zpracována programem NIS – Elements, který je oblíben především pro svoji českou jazykovou verzi. Snímání obrazů se provádí pomocí optického přístroje, kamerou, digitálním fotoaparátem apodobně. Program je možné rozdělit podle náročnosti na základní verzi a na verzi ke speciálnímu použití, kde jsou základní funkce doplněny o různé dodatky. V základní nabídce funkcí můžeme nastavit a ovládat snímací kameru, snímat jednotlivé snímky, upravit kontrast nebo vyhlazení sejmutého obrazu, nastavit rozměrovou kalibraci, ručně proměřovat délky, plochy, průměry s použitím myši a s výstupem dat, nastavit prahování, automaticky měřit planimetrické veličiny a podobně.[6] V experimentální části se bude zjišťovat tímto způsobem statistický průměr vláken, průměr velikosti plochy nevlákených útvarů a celkový povrch pórů. Postup jednotlivých typů měření je v této části práce popsán podrobněji.

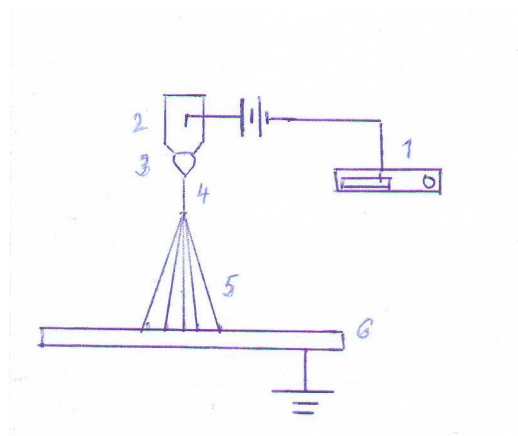
2.11 ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ

Elektrostatické zvlákňování patří zatím k nejpoužívanějším způsobům výroby nanovláknenných vrstev, jeho princip lze zjednodušeně popsat asi takto: Tvorba kapiláry z kapky polymeru procházejícího tryskou do elektrostatického pole, ve kterém tvoří kapénky polymeru spojitý proud, ten tuhne ve vlákno a vlákna se neuspořádaně ukládají na kolektor. Hotová nanovláknna mají většinou průměr pod 500 nm. Elektrické pole může mít napětí až 50 kV. Vzniklá nanovláknna mají velkou povrchovou plochu, vysokou porozitu, vynikající tuhost a houževnatost.[3]

V experimentální části se pro výrobu nanovláknenných vrstev použije polyvinylalkohol. Tento polymer řadíme mezi vinylové polymery. Polyvinylalkohol se vyrábí alkalickou hydrolýzou polyvinylacetátu. Výsledné vlastnosti PVAL závisí na stupni zmýdelnění PVAC. Rozpustnost tohoto polymeru ve vodě je závislá na polymeračním stupni, při vyšším polymeračním stupni klesá rozpustnost a stoupá viskozita.[2] Pro elektrostatické zvlákňování se používá asi 10% koncentrace.

2.11.1 Zvlákňování z hrotu

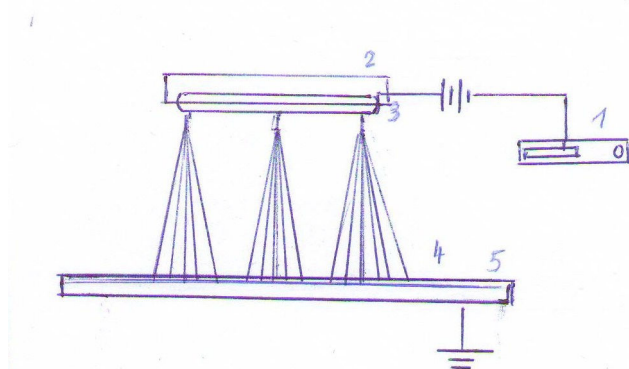
Princip tohoto zvlákňování je popsán výše, z kapky polymeru se vlivem elektrického napětí vytvoří tak zvaný Taylorův kužel a působením elektrostatických a kapilárních sil dojde k rozprášení kapaliny, k odpařování rozpouštědla a k dopadu nanovláken na kolektor. Zvlákňování z hrotu je patrné z obrázku 2.11.1.



Obrázek 2.11.1: 1- vysokonapěťový zdroj, 2- hrot, 3- kapka polymeru, 4- stabilní část trysky, 5- nestabilní část trysky, 6- sběrná elektroda (kolektor) s uzemněním.

2.11.2 Zařízení nanospider

Patent TUL Liberec. Váleček se brodí v lázni polymeru, kónusy vznikají na povrchu válečku. Nevýhodou je potřeba vyššího napětí, aby vznikaly kónusy. Pro tento typ zvlákňování se stále řeší hodnota kritického napětí. Výhodou je snadná údržba a vyšší produktivita. Průběh zvlákňování tohoto typu znázorňuje obrázek 2.11.2.

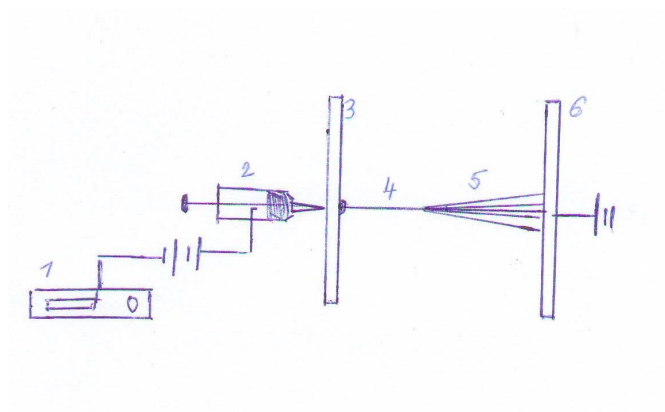


Obrázek 2.11.2: 1- vysokonapěťový zdroj, 2- polymerní lázeň, 3- váleček brodící se v lázni polymeru, 4- nestabilní část trysek, sběrná elektroda s uzemněním.

2.11.3 Zvlákňování z jehly

Tento způsob zvlákňování je málo produktivní, zvlákní se asi 1,2 ml/h roztoku polymeru. Dávkovací zařízení je injekční. (anoda) Mezi tímto zařízením a sběrnou elektrodou (katodou) je vysoké napětí. Zde tvoří původně kapénky polymeru spojitý proud, který tuhne ve vlákno během průchodu otvorem mezi elektrodami.[3] Vzniklá nanovlákná dopadají na sběrnou elektrodu.(uzemněný kolektor) Nevýhodou je ucpávání jehliček a s ohledem na malou produktivitu je možná jen laboratorní výroba. Zvlákňování z jehly znázorňuje obrázek 2.11.3.

Výše uvedených postupů zvlákňování bude využito při výrobě nanovláknenných vrstev v experimentální části bakalářské práce.



Obrázek 2.11.3: 1- vysokonapěťový zdroj, 2- dávkovací injekční zařízení, 3- elektroda, 4- stabilní část trysky, 5- nestabilní část trysky, sběrná elektroda /kolektor/ s uzemněním.

2.12 VÝPOČET POROZITY VLÁKENNÝCH ÚTVARŮ 2D

Porozitu ψ stanovíme poměrem mezi celkovou plochou pórů a celkově naměřenou plochou. Celkově naměřená plocha je u všech vyšetřovaných snímků stejná, protože všechny snímky mají stejný rozměr. Matematické vyjádření výpočtu porozity uvádí vztah :

$$\psi = \frac{S_p}{S_c} 100 [\%], \quad (39) [7]$$

kde S_p značí celkovou plochu pórů a S_c je celková plocha snímku.

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 PŘÍPRAVA VZORKŮ NANOVLÁKENNÝCH ÚTVARŮ

3.1.1 Vyrobení nanovlákenných útvarů elektrostatickým zvlákňováním

V experimentální části se nejdříve připravily ze 16% PVAL roztoky PVAL o 8%, 10%, 12% a 14% koncentraci. Z těchto koncentrací polymeru byly vyrobeny elektrostatickým zvlákňováním z hrotu, ze zařízení nanospideru a z jehly nanovlákenné útvary. U všech tří typů byla měněna vzdálenost mezi elektrodami na 10, 7, 5 cm.

Zvlákňování z hrotu

Postup při hrotovém zvlákňování je uveden v kapitole 2.11.1. V laboratoři se předem stanovily podmínky, za kterých bylo zvlákňování uskutečněno:

- teplota vzduchu v laboratoři 24°C
- vlhkost vzduchu v laboratoři $60 \pm 3\%$
- napětí při zvlákňování 25kV
- čas zvlákňování 20s
- vzdálenost mezi dvěma elektrodami 10,7,5 cm

Zvlákňování probíhalo podle výše popsaného postupu. Vzniklá nanovlákenna dopadala na černý papír, který byl zachycený magnety na sběrné elektrodě a u každého vzorku byly dva pokusy. Uvedené vzorky byly označeny pro další zpracování.

Popis vzorků při vzdálenosti 10cm : A1 = 8%, B1 = 10%, C1 = 12%, D1 = 14%

Popis vzorků při vzdálenosti 7cm : A2 = 8%, B2 = 10%, C2 = 12%, D2 = 14%

Popis vzorků při vzdálenosti 5 cm : A3 = 8%, B3 = 10%, C3 = 12%, D3 = 14%

Zařízení nanospider

Zvlákňování pomocí zařízení nanospider popisuje kapitola 2.11.2. I při tomto způsobu byly stanoveny výchozí laboratorní podmínky:

- teplota vzduchu v laboratoři 24°C
- vlhkost vzduchu v laboratoři $60 \pm 3\%$

- napětí při zvlákňování 40kV
- čas zvlákňování 20s
- vzdálenost mezi dvěma elektrodami 10, 7, 5 cm

Vzniklá nanovlákná dopadala na černý papír, který byl přichycen magnety na sběrnou elektrodu. Jednotlivé vzorky byly označeny pro další zpracování, vzorky s 8% koncentrací nebyly za stanovení těchto laboratorních podmínek pořízeny, protože zvlákňování probíhalo špatně.

Při vzdálenosti elektrod 10 cm se neuskutečnilo zvlákňování u 14 % vzorku z celé plochy válečku a při vzdálenosti elektrod 5 cm vzniklo hodně kapek a málo vláken u 12 % vzorku.

Popis vzorků při vzdálenosti 10cm : G3 = 10 %, F3 = 12 %, E3 = 14 %

Popis vzorků při vzdálenosti 7 cm: G1 = 10 %, F1 = 12 %, E1 = 14 %

Popis vzorků při vzdálenosti 5 cm : G2 = 10 %, F2 = 12 %, E2 = 14 %

Zvlákňování z jehly

Tento způsob zvlákňování je popsán v kapitole 2.11.3. Vzhledem k malé produktivitě byl čas zvlákňování podstatně delší než u předcházejících způsobů. Zvlákňování probíhalo za těchto laboratorních podmínek :

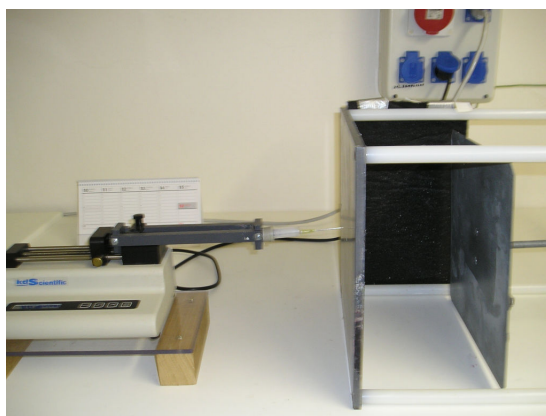
- teplota vzduchu v laboratoři 24°C
- vlhkost vzduchu v laboratoři $60 \pm 3\%$
- napětí při zvlákňování 42kV
- čas zvlákňování 2min. / 1,2 ml/h /
- vzdálenost mezi dvěma elektrodami 10, 7, 5 cm
- průměr zvlákňovací jehly 1,2mm

Vzniklá nanovlákná se stejně jako u výše popsaných způsobů ukládala na černý papír. Většina takto vyrobených vzorků byla nekvalitních, při 8 % koncentraci vznikalo hodně kapek a málo vláken, při vyšších koncentracích se vytvořila u některých vzorků potrhaná fólie s velmi malým množstvím vláken. Na obrázku 3.1.1 je vidět zvlákňování z jehly v laboratoři TU Liberec, mimo injekční dávkovací zařízení je z boční strany sběrné elektrody také patrný vložený černý papír upevněný magnety, na který dopadala vzniklá nanovlákná. Při tomto způsobu zvlákňování byla také měněna vzdálenost elektrod na 10, 7, a 5cm.

Popis vzorků při vzdálenosti 10 cm : H1 = 8 %, CH1 = 10 %, J1 = 12 %, K1 = 14 %

Popis vzorků při vzdálenosti 7 cm : H2 = 8 %, CH2 = 10 %, J2 = 12 %, K2 = 14 %

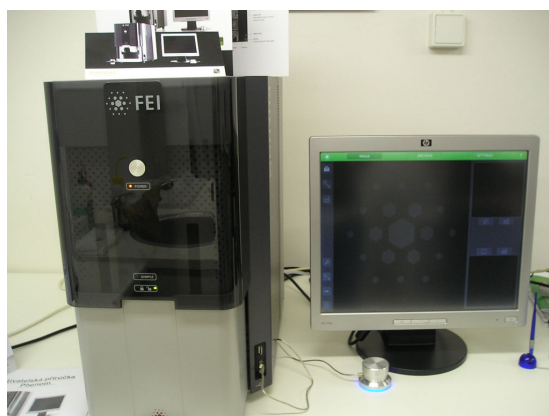
Popis vzorků při vzdálenosti 5 cm : H3 = 8 %, CH3 = 10 %, J3 = 12 %, K3 = 14 %



Obrázek 3.1.1: Zvlákňování z jehly v laboratoři TUL Liberec.

3.2 VYHODNOCENÍ SNÍMKŮ ELEKTRONOVÝM MIKROSKOPEM

Z kvalitních vzorků nanovláknenných útvarů se v laboratoři pomocí elektronového mikroskopu vytvořily mikrosnímky, na kterých bylo později prováděno měření některých strukturních parametrů obrazovou analýzou a ruční praktickou stereologickou metodou. Je důležité dodat, že u každého provedeného vzorku se vytvořilo více mikrosnímků a z těch byl potom proveden výběr pro měření daných parametrů. Na obrázku 3.2.1 je znázorněno pracovní místo s elektronovým mikroskopem v laboratoři TU Liberec.



Obrázek 3.2.1 : Elektronový mikroskop v laboratoři TUL.

3.3 MĚŘENÍ VYBRANÝCH PARAMETRŮ STRUKTURY OBRAZOVOU ANALÝZOU

Obrazová analýza patří mezi nejnovější stereologické metody vyhodnocení strukturních parametrů, jak již bylo uvedeno v kapitole 2.10. Měření probíhá pomocí programu NIS – Elements, společnosti Laboratory Imaging. Program patří mezi nejpoužívanější díky svému českému výrobcí a české verzi.

3.3.1 Měření průměru vláken

Pro měření této charakteristiky byly vybrány snímky s označením : A10002, A20001, A30004, B10004, B20001, B30002, C10005, C20002, C30002, D10003, D20002, D30001, G30008, G1001, G20004, F10014, E10017, E20014, J10008, J20001, K10005, K20002, K30003.

Po spuštění programu NIS – Elements a vybráním výše jmenovaných snímků byla provedena **kalibrace**, která jim přiřazuje reálný rozměr se stanovením jednotky nanometru [nm], pak se kliknutím myši označila odpovídající ikonka v nabídce programu, (**délka**) šipka se změnila na křížek, kterým se kolmo ohraničil průměr vybraného vlákna. Takto bylo přeměřeno 20 vláken u všech snímků. Zjištěná hodnota průměru každého vlákna se zanesla do tabulky dat. Pak následoval **export dat** do programu Excel a ten pak provedl statistické vyhodnocení /statistický průměr, odchylku, minimum a maximum/ v jednotkách [nm]. Zjištěná data byla **uložena** na datová média. Před začátkem dalšího měření bylo nutné stará data z tabulky vymazat. Zjištěné statistické hodnoty všech snímků jsou uvedené v tabulce 8,9,10 v příloze 1.

3.3.2 Měření průměrné velikosti plochy nevláknenných útvarů

Pro toto měření byly vybrány jen snímky, na kterých byly patrné nevláknenné útvary (kapky). Mají označení : A10002, A20001, A30004, B10004, B30002, C20002, G30008, E10017, H20002, H30004.

Snímky se po otevření programu NIS – Elements **nakalibrovaly** se stanovením jednotky nanometr, [nm] kliknutím myši se označila ikonka pro **plochu** v nabídce programu a na snímku se myší označily hranice plochy nevláknenných útvarů. Počet jednotlivých měření byl u každého snímku jiný, protože každý snímek obsahoval jiný počet nevláknenných útvarů. Naměřené hodnoty se zobrazily v tabulce a byly stejným způsobem jako u výše popsané charakteristiky **exportovány** do programu Excel, kde proběhlo jejich statistické vyhodnocení v jednotkách [nm²] a následné **uložení**. Opět bylo důležité před začátkem dalšího měření smazat veškerá stará data. Hodnoty průměrné velikosti plochy nevláknenných útvarů jsou uvedeny v tabulce 11, 12,13 v příloze 1.

3.3.3 Měření celkové plochy pórů

Snímky, na kterých probíhalo měření:

A10002, A20001, A30004, B10004, B20001, B30002, C10005, C20002, C30002, D10003, D20002, D30001, G30008, G1001(5), G20004, F10014, E10017, E20014, J10008, J20001, K10005, K20002, K30003.

Snímky byly nejdříve **nakalibrovány** se stanovením jednotky [μm^2], pak následovalo **oříznutí**, čímž se upravila velikost obrazu na tvar obdélníka táhnutím myši a potvrzením enter. Z nabídky **binární** se vybrala **definice prahování**, je to jedna z velice důležitých funkcí, která vytvoří obraz jen se dvěma barvami – šedou a bílou a stanoví práh mezi objekty v obraze a pozadím. Opět z nabídky **binární** byla označena myši funkce **zaplnit díry**, kdy dojde k vyplnění již uzavřených děr vzniklých během prahování. V nabídce **měření** se označila funkce **provést měření**. Naměřené hodnoty se opět zobrazily v tabulce a byly **exportovány** do programu Excel stejným způsobem jako u výše jmenovaných charakteristik. Zde došlo ke statistickému vyhodnocení naměřených dat v jednotkách [μm^2], potom bylo také provedeno **sečtení** jednotlivých ploch, abychom získali celkovou plochu pórů u každého jednotlivého snímku.

Zjištěná data byla **uložena** na datová média. Před začátkem nového měření se stará data smazala. Hodnoty celkové plochy pórů jsou zaznamenány v tabulce 14,15,16 v příloze 1.

Poměrem mezi celkovou plochou pórů a celkovou plochou snímků se vyjádřila porozita v %. Její hodnoty jsou opět uvedeny v tabulce 14,15,16 v příloze 1. Výpočet porozity popisuje kapitola 2.12.

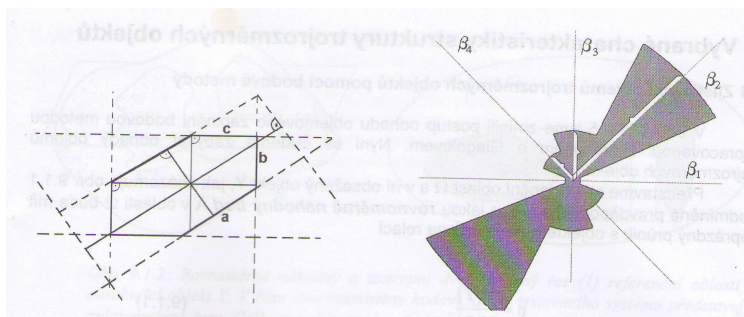
3.4 ANIZOTROPIE ROVINNÝCH VLÁKENNÝCH ÚTVARŮ

Nanovlákná se při elektrostatickým zvlákňováním ukládají na kolektor chaoticky, ale při bližší studii se zpravidla zjistí, že vlákna mají přednostní orientaci do určitého směru. Pro názornost, jednoduchost a přesnost byla vybrána praktická metoda vyšetření anizotropie vláken, kdy se pomocí Steinerova kompaktního sestrojila směrová růžice. Směrová růžice nebo také texturní funkce je grafické vyjádření přednostní orientace vláken. V průběhu zjišťování této charakteristiky byla jen u jednoho snímku zjištěna téměř izotropní struktura. Nejdříve bylo nutné vytvořit na průhlednou fólii síť úhlů se stejně dlouhými rameny. Úhly mají rozmezí: 0° (180°), 45° (225°), 90° (270°), 135° (315°). Důležitá byla také kvalita mikrosnímků, aby vlákna byla dostatečně dobře znatelná a jejich průřečníky se sítí úhlů byly co nejpřesnější. Snímky mají označení:

A10002, A20001, A30004, B10004, B20001, B30002, C10005, C20002, C30002, D10003, D20002, D30001, G30008, G1001(5), G20004, F10014, E10017, E20014, J10008, J20001, K10005, K20002, K30003.

Průhledná fólie se sítí úhlů se přikládala na pět různých míst vybraného snímku. 1 - levý horní roh, 2 - pravý horní roh, 3 - levý dolní roh, 4 - pravý dolní roh a 5 - střed snímku. Zjištěné hodnoty ze všech pěti míst jsem zapisovala do předem vytvořené tabulky i s jejich statistickými průměry ve stanoveném úhlovém rozmezí. Tabulky všech vybraných snímků jsou uvedené v příloze 2, vedle tabulky je umístěn

pro lepší názornost vyšetřovaný snímek nanovláknenného materiálu ve zmenšeném měřítku. Na základě statistických průměrů zjištěných hodnot jsem sestrojila nejdříve průsečíkovou růžici tak, že zmíněné průměrné hodnoty jsem zanesla do polárního programu vždy s pootočením o 90° . Z poznačených bodů jsem vedla kolmice, které vymezily v rovině konvexní a středově symetrický mnohoúhelník, kterému se říká Steinerův kompaktní. Vzdálenosti vrcholů mnohoúhelníka jsem přenesla již v souhlasném směru se Steinerovým kompaktem do nově vytvořené sítě úhlů, kde je každé úhlové rozmezí ještě rozděleno na polovinu, a spojila je křivkami, tím vznikla směrová růžice, nebo-li texturní funkce, která nám názorně ukazuje orientaci vláken v daném snímku. Sít' úhlů a průsečíky sítě s vlákny je znázorněna na obrázku 2.8.4. v kapitole 2.8.4. Grafická znázornění Steinerova kompaktní a směrové růžice jsou umístěna u každého snímku zároveň již s výše jmenovanou tabulkou v příloze 2. Obecný pohled na konstrukci Steinerova kompaktní a vytvořenou směrovou růžici je vidět na obrázku 3.4.1. Pro konstrukci Steinerova kompaktní a směrové růžice jsem si stanovila měřítko: statistický průměr průsečíků s vlákny v určitém směru úhlu $\bar{x} = 32 = 3,2\text{cm}$.



Obrázek 3.4.1: Steinerův kompaktní a směrová růžice.[1]

4. DISKUZE

Tato bakalářská práce popisuje stereologické metody zjišťování strukturních parametrů nanovláknenných útvarů. V teoretické části je uvedena mimo jiné také ruční praktická stereologická metoda vyšetřování anizotropie vláken, nebo obrazová analýza jako jedna z nejnovějších metod měření parametrů struktury. Cílem experimentální části bylo vyrobení nanovláknenných vrstev z roztoku polyvinylalkoholu a připravení 2d obrazů pomocí elektronového mikroskopu. Pořízené mikrosnímky byly vyšetřovány obrazovou analýzou, která spočívala v měření průměru nanovláken, v měření celkové plochy nevláknenných útvarů a celkového povrchu pórů. Odhady těchto charakteristik byly porovnány u všech tří typů zvláknování v závislosti na koncentraci. Všechny mikrosnímky, které byly vyhodnoceny obrazovou analýzou, byly podrobeny ruční stereologické metodě grafického vyjádření anizotropie vláken. Změna orientace vláken u nanovláknenných vrstev v závislosti na koncentraci byla jednou z hlavních způsobů vyhodnocování experimentů. Hodnocení probíhalo u jednoho typu i u všech tří typů zvláknování.

4.1 MĚŘENÍ PRŮMĚRŮ VLÁKEN

V experimentální části v kapitole 3.3.1 je popsán postup při měření této charakteristiky i výpis použitých mikrosnímků. Zjištěné hodnoty u všech typů zvláknování jsou uvedeny v tabulce 8, 9, 10 v příloze 1. Porovnáním hodnot z tabulek bylo zjištěno, že průměry vláken vyrobených z hrotu, nanospiderem a jehlou při různých koncentracích a vzdáleností elektrod se příliš neliší.

4.2 MĚŘENÍ PRŮMĚRNÉ VELIKOSTI PLOCHY NEVLÁKNENNÝCH ÚTVARŮ

Výše jmenovanou charakteristikou se zabývá kapitola 3.3.2. Byly hodnoceny jen snímky, na kterých byly nevláknenné útvary patrné. Zjištěné hodnoty jsou opět uvedeny v tabulce 11, 12, 13 v příloze 1. Porovnáním výsledků bylo zjištěno, že nevláknenné útvary vznikly především u 8% koncentrace polymeru u hrotového a jehlového zvláknování a větší byla i velikost jejich plochy. Zvláknování této koncentrace polymeru u zařízení nanospider probíhalo velmi špatně, proto nejsou vytvořeny elektronovým mikroskopem žádné snímky, u jehlového zvláknování byla zjišťována pouze tato charakteristika. Vzorky nanovláknenných vrstev vykazovaly u tohoto typu velmi málo vláken, poměrně dost různých nečistot a někde byla vidět i potrhaná folie.

4.3 MĚŘENÍ CELKOVÉHO POVRCHU PÓRŮ

Toto měření popisuje v experimentální části kapitola 3.3.3. Výsledné hodnoty nám ukazují tabulky 14,15,16 v příloze 1. Pokud porovnáme koncentrace, tak při 8% u hrotového zvlákňování je celkový povrch pórů menší než u ostatních koncentrací, připomínám, že z nanospideru a jehly nejsou snímky u 8% koncentrace. U zvlákňování nanospider byly naměřeny celkově nižší hodnoty než u hrotu a jehly.

4.4 POROZITA NANOVLÁKENÝCH ÚTVARŮ

Postup při výpočtu porozity najdeme v kapitole 2.12. Tato charakteristika se stanovuje z naměřených hodnot celkového povrchu pórů a z celkové plochy snímku, která je u všech vyšetřovaných snímků stejná, protože snímky mají stejné rozměry. Porovnáním hodnot u hrotu, nanospideru a jehly, je porozita nejnižší u nanospideru, protože i celkový povrch pórů je menší. U hrotu a jehly vyšly hodnoty porozity přibližně stejné. Experimenty potvrdily, že i při velmi malých průměrech vláken se porozita pohybuje od 37% u nanospideru do 54% u hrotu a jehly.

Hodnocení výše jmenovaných charakteristik ukázalo, že při námi stanovených laboratorních podmínkách probíhalo nejkvalitněji zvlákňování z hrotu s 10% – 12% koncentrací PVAL.

4.5 ZJIŠŤOVÁNÍ ANIZOTROPIE NANOVLÁKENÝCH ÚTVARŮ

Tato zajímavá a názorná metoda je popsána v kapitole 3.4, kdy na základě grafického vyjádření směrové růžice je zjišťována anizotropie vláken, což je přednostní orientace vláken do určitého směru. Směrové růžice byly porovnány se zvětšenými mikrosnímky a u všech byla zjištěna shoda s orientací vláken u směrové růžice a vybraného snímku. U jednoho snímku byla vidět téměř izotropní struktura, jinak se u všech snímků potvrdila anizotropie vláken. To potvrzuje fakt, že i když jsou vlákna při elektrostatickém zvlákňování ukládána na kolektor chaoticky, tak při bližším zkoumání se potvrdí jejich přednostní orientace.

4.5.1 Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod v jednom typu zvlákňování

Hodnocení probíhalo vždy u jednoho typu zvlákňování, kdy byly porovnány směrové růžice jednotlivých snímků o stejné koncentraci a různé vzdálenosti elektrod, podle kterých se zjišťovala zmíněná změna anizotropie vláken. Snímky mají 8%, 10%, 12% a 14% koncentraci. U zvlákňování z hrotu byla zjištěna změna orientace vláken při 8% koncentraci u snímku A30004 se vzdáleností elektrod 5cm, při 10% koncentraci u snímku s označením B10004, kdy vzdálenost elektrod byla

10cm, u koncentrace 12% a vzdálenosti elektrod 10cm vykazoval změnu snímek C10005 a u snímku D30001 nastala změna orientace vláken při 14% koncentraci a vzdálenosti elektrod 5cm. Hodnocení anizotropie vláken je pro větší názornost uvedeno v níže uvedené tabulce 1, kde 0 označuje, že nedošlo k výrazné změně orientace vláken a 1 značí změnu v orientaci vláken.

U zařízení nanospider probíhalo velmi špatně zvlákňování 8% koncentrace při všech vzdálenostech elektrod, u 12% koncentrace se vzdáleností 10 a 5cm a u 14% koncentrace se vzdáleností elektrod 10cm. Z tohoto důvodu nebyly pořízeny mikrosnímky z elektronového mikroskopu. Porovnáním snímků 10% koncentrace byla patrná změna orientace vláken u snímku G30008. Hodnocení anizotropie vláken je u tohoto typu zvlákňování vidět z tabulky 2, symbol x značí, že nejsou pořízeny mikrosnímky a neproběhlo zvlákňování, jinak je vysvětlení stejné jako u tabulky 1.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
A10002	10	8	0
A20001	7	8	0
A30004	5	8	1
B10004	10	10	1
B20001	7	10	0
B30002	5	10	0
C10005	10	12	1
C20002	7	12	0
C30002	5	12	0
D10003	10	14	0
D20002	7	14	0
D30001	5	14	1

Tab.1. Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u hrotového zvlákňování.

Jehlové zvlákňování probíhalo kvalitně jen u koncentrace 12% a 14%. Změna orientace se objevila u snímků s označením J20001 při 12% koncentraci a vzdálenosti elektrod 7cm, kdy byla zjištěna téměř izotropní struktura vláken, a u snímku K10005 o 14% koncentraci a vzdálenosti elektrod 10cm. Hodnocení je rovněž pro větší názornost patrné z tabulky 3, vysvětlení symbolů je stejné jako u tabulky 2.

Vliv koncentrace na změnu orientace vláken při rozdílných vzdálenostech elektrod u každého typu je různý. U hrotového zařízení došlo ke změně orientace vláken u všech koncentrací a vzdáleností elektrod 5cm a 10cm, zařízení nanospider vykazovalo změnu u 10% a jehlové zvlákňování u snímku 14%. Vzdálenost elektrod, při které docházelo nejčastěji ke změně, byla v tomto případě 10cm a koncentrace 10% a 14%.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
x	10	8	x
x	7	8	x
x	5	8	x
G30008	10	10	1
G1001(5)	7	10	0
G20004	5	10	0
x	10	12	x
F10014	7	12	0
x	5	12	x
x	10	14	x
E10017	7	14	0
E20014	5	14	0

Tab. 2. Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zařízení nanospider.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
x	10	8	x
x	7	8	x
x	5	8	x
x	10	10	x
x	7	10	x
x	5	10	x
J10008	10	12	x
J20001	7	12	1
x	5	12	x
K10005	10	14	1
K20002	7	14	0
K30003	5	14	0

Tab. 3. Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u jehlového zvlákňování.

4.5.2 Vliv rozdílné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod v jednom typu zvlákňování

Porovnávaly se směrové růžice snímků s různou koncentrací a stejné vzdálenosti elektrod u každého typu zvlákňování zvlášť. U hrotového zvlákňování nastala změna orientace u snímku A20001 s 8% koncentrací a 7cm vzdáleností elektrod a také u snímku A30004 s 8% koncentrací a 5cm vzdáleností mezi elektrodami. Změnu orientace vláken vykazoval i snímek C10005 s 12% koncentrací a vzdáleností elektrod 10cm. Hodnocení je lépe patrné z tabulky 4. Vysvětlení symbolů je stejné jako u tabulky 1.

Zařízení nanospider vykazuje změnu jen u snímku F10014, který má 12% koncentraci a zvlákňování probíhalo při 7cm vzdálenosti elektrod. Většina snímků nebyla pro špatnou kvalitu pořízena elektronovým mikroskopem, a proto nemohly být mezi sebou porovnány. Hodnocení je opět vidět z tabulky 5, vysvětlení symbolů je stejné jako u tabulky 2.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
A10002	10	8	0
B10004	10	10	0
C10005	10	12	1
D10003	10	14	0
A20001	7	8	1
B20001	7	10	0
C20002	7	12	0
D20002	7	14	0
A30004	5	8	1
B30002	5	10	0
C30002	5	12	0
D30001	5	14	0

Tab. 4. Vliv rozdílné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u hrotového zvlákňování.

U jehlového zvlákňování byly hodnoceny směrové růžice snímků o 12% a 14% koncentraci. Změna orientace vláken byla zjištěna u snímků J20001 s 12% koncentrací a 7cm vzdáleností elektrod a u K20002 se 14% koncentrací a 7cm vzdáleností mezi elektrodami. Hodnocení je uvedeno v tabulce 6, význam symbolů odpovídá tabulce 3.

I když nebylo možné porovnat snímky všech koncentrací a vzdáleností elektrod u hrotu, nanospideru a jehly, je patrný vliv koncentrace na změnu orientace především u 8% a 12% a vzdáleností elektrod 7cm u všech typů zvlákňování. U 10% koncentrace nenastala žádná změna orientace vláken.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
x	10	8	x
G30008	10	10	0
x	10	12	x
x	10	14	x
x	7	8	x
G1001(5)	7	10	0
F10014	7	12	1
E10017	7	14	0
x	5	8	x
G20004	5	10	0
x	5	12	x
E20014	5	14	0

Tab. 5. Vliv rozdílné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u zařízení nanospider.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
x	10	8	x
x	10	10	x
J10008	10	12	0
K10005	10	14	0
x	7	8	x
x	7	10	x
J20001	7	12	1
K20002	7	14	1
x	5	8	x
x	5	10	x
x	5	12	x
K30003	5	14	0

Tab. 6. Vliv rozdílné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u jehlového zvlákňování.

4.5.3 Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u tří typů zvlákňování

V průběhu tohoto hodnocení byly porovnány směrové růžice snímků o stejné koncentraci a stejné vzdálenosti elektrod u všech tří typů zvlákňování. Vzhledem ke špatné kvalitě zvlákňování 8% koncentrace u zařízení nanospider a jehly, nemohly být snímky o této koncentraci hodnoceny. U hrotového zvlákňování nastala změna orientace vláken u snímku B20001 o 10% koncentraci a vzdálenosti elektrod 7cm, dále u snímků s označením D10003, D20002 a D30001 se 14% koncentrací a vzdálenostmi mezi elektrodami 10, 7 a 5cm. Při hodnocení u zařízení nanospider byla výraznější změna orientace patrná u snímku G1001(5) s 10% a vzdáleností elektrod 7cm, u snímku E20014 se 14% koncentrací a vzdáleností mezi elektrodami 5cm. U jehlového zvlákňování byla vidět změna orientace vláken u J20001 s 12% a 7cm vzdáleností elektrod, u K10005 a K30003 se 14% a vzdálenostmi elektrod 10 a 5cm. Hodnocení tohoto vlivu znázorňuje tabulka 7. Z té je patrné, že k žádné změně orientace vláken nedošlo u 8% koncentrace, protože nejsou pořízeny snímky z nanospideru a jehlového zvlákňování, a tak je opět nebylo možné porovnat. Význam symbolů je stejný jako u výše popsaných tabulek.

Pokud porovnáme hodnocení vlivu koncentrace u všech typů zvlákňování, experimenty prokázaly, že vliv této veličiny se mění podle typu zvlákňování a působí na něho také vzdálenost elektrod. Snímky s 8% koncentrací byly pořízeny jen z hrotu, u nanospideru a jehly byly vzorky s nanovláknem velmi nekvalitní. U hrotového zvlákňování byla zjištěna změna orientace vláken u této koncentrace 3x a u koncentrace 14% 6x při vzdálenostech 7 a 5cm. Zařízení nanospider prokázalo nejvíce změn u 10% koncentrace se vzdáleností elektrod 10 a 7cm, při jehlovém zvlákňování byly vidět změny orientace vláken u koncentrace 14% 4x při vzdálenostech elektrod 10, 7 a 5cm.

Označení snímku	Zvlákňování	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Anizotropie vláken
A1002	hrot	10	8	0
x	nanospider	10	8	x
x	jehla	10	8	x
A20001	hrot	7	8	0
x	nanospider	7	8	x
x	jehla	7	8	x
A30004	hrot	5	8	0
x	nanospider	5	8	x
x	jehla	5	8	x
B10004	hrot	10	10	0
G30008	nanospider	10	10	0
x	jehla	10	10	x
B20001	hrot	7	10	1
G1001(5)	nanospider	7	10	1
x	jehla	7	10	x
B30002	hrot	5	10	0
G20004	nanospider	5	10	0
x	jehla	5	10	x
C10005	hrot	10	12	0
x	nanospider	10	12	x
J10008	jehla	10	12	0
C20002	hrot	7	12	0
F10014	nanospider	7	12	0
J20001	jehla	7	12	1
C30002	hrot	5	12	0
x	nanospider	5	12	x
x	jehla	5	12	x
D10003	hrot	10	14	1
x	nanospider	10	14	x
K10005	jehla	10	14	1
D20002	hrot	7	14	1
E10017	nanospider	7	14	0
K20002	jehla	7	14	0
D30001	hrot	5	14	1
E20014	nanospider	5	14	1
K30003	jehla	5	14	1

Tab. 7. Vliv stejné koncentrace na změnu anizotropie vláken při stejné vzdálenosti elektrod u tří typů zvlákňování.

5. ZÁVĚR

Stereologie jako věda pro zjišťování parametrů struktury patří mezi poměrně mladé vědní oblasti. Metody zjišťování strukturních parametrů u nanovláknenných útvarů jsou zatím prozkoumány velmi málo. Rešeršní část této práce je zaměřena na popis těch nejvýznamnějších metod při zjišťování strukturních charakteristik, experimentální část se zabývá výrobou nanovláknenných vrstev elektrostatickým zvlákňováním tří typů – hrotu, nanospideru a jehly, měřením vybraných charakteristik pomocí obrazové analýzy a zjišťováním anizotropie vláken ruční praktickou metodou. V diskusní části jsou porovnány výsledky měření obrazovou analýzou u zvlákňování z hrotu, nanospideru a jehly a vliv koncentrace PVAL na kvalitu zvlákňování a změnu orientace vláken.

Nanovláknenné vrstvy se vyráběly z 8%, 10%, 12% a 14% koncentrace polyvinylalkoholu a v průběhu experimentu se potvrdilo, že na kvalitu zvlákňování má vliv celá řada aspektů jako je koncentrace polymeru, typ zvlákňování i vzdálenost elektrod, nelze opominout ani laboratorní podmínky – teplotu, vlhkost, napětí, čas zvlákňování, proudění okolního vzduchu a podobně.

Experimenty, které probíhaly měřením obrazovou analýzou prokázaly, že u průměru vláken se hodnoty lišily jen velmi málo u všech tří typů, nevláknenné útvary byly patrné hlavně u 8% koncentrace, celková plocha pórů byla zjištěna menší u zařízení nanospider. Z tohoto důvodu byla u nanospideru vypočtena menší porozita.

V této práci byla prokázána názornost a praktičnost ruční stereologické metody zjišťování anizotropie vláken. Této metodě je možné přiznat i určitou jednoduchost navzdory poměrně velké časové náročnosti zpracování. Na základě konstrukce Steinerova kompaktu je vytvořena směrová růžice, s jejíž pomocí se stanoví přednostní orientace vláken. Prokázal se fakt, že i když jsou vlákna při elektrostatickém zvlákňování ukládána na kolektor chaoticky, tak při bližším zkoumání prokazují přednostní orientaci. / pouze u jednoho snímku byla zjištěna téměř izotropní struktura /

V diskusní části je hodnocen mimo jiné vliv koncentrace na změnu orientace vláken v jednotlivých zařízeních, u všech tří zařízeních, při stejné nebo různé vzdálenosti elektrod. Výsledky experimentů potvrdily, že vliv koncentrace na změnu orientace vláken je rozdílný podle typu zvlákňování a vzdálenosti elektrod. Nejhuře probíhalo zvlákňování u 8% koncentrace a nejvíce změn orientace vláken zaznamenala 14% koncentrace.

Uvědomuji si, že mé experimenty mohou obsahovat chyby způsobené lidským faktorem, například při snaze přesného stanovení definice prahování u charakteristiky měření celkového povrchu pórů. Věřím, že výsledky v této práci i přes její nedostatky, mohou být využity k dalším studiím.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] LUKÁŠ, D. : *Stereologie textilních materiálů*. Skriptum, TU Liberec, 2000.
- [2] DEMBICKÝ, J., KRYŠTŮFEK, J., MACHAŇOVÁ, D., ODVÁRKA, J., PRÁŠIL, M., WIENER, J.: *Zušlechťování textilií*. Skriptum, TU Liberec, 2008, ISBN 978-8-7372-321-7.
- [3] MILITKÝ, J. : *Přednášky textilní vlákna, speciální vlákna*. Skriptum, TU Liberec, 20005, ISBN 80-7083-892-2.
- [4] RUSS, J.C., DEHOFF, R.T. : *Practical stereology* (Second Edition). Plenum Press, New York, 2000, ISBN 0-306-46476-4.
- [5] SAXL, I. : *Stereology of objects with internal structure*. Praha : Academia, 1989, ISBN 80-200-0004-6.
- [6] ANONYM : NIS-Elements Advanced Research, User's Guide, LIM, Prague, 2006.
- [7] NECKÁŘ, Bohuslav. *[Http://www.ft.tul.cz](http://www.ft.tul.cz)* [online]. 2008 [cit. 2009-09-10]. Dostupný z WWW: <<http://www.ft.tul.cz/depart/ktt/index.htm>>.
- [8] (*http://cs.wikipedia.org/wiki/Transmisní_elektronový_mikroskop*)

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha č. 1 : Tabulky

**Příloha č. 2 : Snímky z obrazové analýzy NIS – ELEMENTS
Tabulky s počty průsečíků sítě úhlů
Steinerovy kompakty a směrové růžice**

PŘÍLOHA č. 1

Tab. 8 : Hodnoty statistických průměrů vláken – zvláknování z hrotu, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Statistický průměr vláken [nm]
A10002	10	8	209,05
A20001	7	8	209,75
A30004	5	8	226,60
B10004	10	10	246,95
B20001	7	10	258,25
B30002	5	10	237,65
C10005	10	12	240,25
C20002	7	12	267,00
C30002	5	12	230,15
D10003	10	14	275,60
D20002	7	14	252,90
D30001	5	14	256,65

*Legenda pro tabulky 8 – 16:
PVAL – polyvinylalkohol*

Tab. 9 : Hodnoty statistických průměrů vláken – zařízení nanospider, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Statistický průměr vláken [nm]
x	10	8	x
x	7	8	x
x	5	8	x
G30008	10	10	327,20
	7	10	260,90
G20004	5	10	271,55
x	10	12	x
F10014	7	12	275,90
x	5	12	x
x	10	14	x
E10017	7	14	176,20
E20014	5	14	373,45

*Legenda :
x = nejsou pořizeny mikrosnímky, neproběhlo měření*

Tab. 10 : Hodnoty statistických průměrů vláken – zvlákňování z jehly, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Statistický průměr vláken [nm]
x	10	8	x
H20002	7	8	x
H30004	5	8	x
x	10	10	x
x	7	10	x
x	5	10	x
J10008	10	12	211,02
J20001	7	12	241,87
x	5	12	x
K10005	10	14	226,63
K20002	7	14	298,24
K30003	5	14	229,99

Legenda :

x = nejsou pořizeny mikrosnímky, neproběhlo měření

Tab. 11 : Hodnoty průměrné velikosti plochy nevlákenných útvarů – zvlákňování z hrotu, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Průměrná velikost plochy nevlákenných útvarů [nm ²]
A10002	10	8	4029313,67
A20001	7	8	829203,10
A30004	5	8	721963,71
B10004	10	10	691596,00
B20001	7	10	558574,83
B30002	5	10	574799,00
C10005	10	12	x
C20002	7	12	811832,63
C30002	5	12	x
D10003	10	14	x
D20002	7	14	x
D30001	5	14	x

Legenda :

x = neproběhlo měření

Tab. 12 : Hodnoty průměrné velikosti plochy nevlákných útvarů – zařízení nanospider, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Průměrná velikost plochy nevlákných útvarů [nm ²]
x	10	8	x
x	7	8	x
x	5	8	x
G30008	10	10	1329676,20
x	7	10	x
G20004	5	10	378651,40
x	10	12	x
F10014	7	12	x
x	5	12	x
x	10	14	x
E10017	7	14	748340,75
E20014	5	14	x

Legenda :

x = nejsou pořízeny mikrosnímky, neproběhlo měření

Tab. 13: Hodnoty průměrné velikosti plochy nevlákných útvarů – jehlové zvláknování, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Průměrná velikost plochy nevlákných útvarů
x	10	8	x
H20002	7	8	138494,70
H30004	5	8	86888,29
x	10	10	x
x	7	10	x
x	5	10	x
J10008	10	12	x
J20001	7	12	x
x	5	12	x
K10005	10	14	x
K20002	7	14	x
K30003	5	14	x

Legenda :

x = nejsou pořízeny mikrosnímky, neproběhlo měření

Tab.14 : Hodnoty celkové plochy pórů, celkové plochy snímku a porozity – hrotové zvlákňování, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Celková plocha pórů [μm^2]	Celková plocha snímku [μm^2]	Porozita [%]
A10002	10	8	77,30	587,55	13,16
A20001	7	8	208,00	587,55	35,40
A30004	5	8	310,00	587,55	52,76
B10004	10	10	345,00	587,55	58,71
B20001	7	10	415,00	587,55	70,63
B30002	5	10	360,00	587,55	61,27
C10005	10	12	426,00	587,55	72,50
C20002	7	12	354,00	587,55	60,25
C30002	5	12	384,00	587,55	65,35
D10003	10	14	439,00	587,55	74,71
D20002	7	14	346,00	587,55	58,88
D30001	5	14	425,00	587,55	72,33

Tab.15 : Hodnoty celkové plochy pórů, celkové plochy snímku a porozity – zařízení nanospider, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Celková plocha pórů [μm^2]	Celková plocha snímku [μm^2]	Porozita [%]
x	10	8	x	x	x
x	7	8	x	x	x
x	5	8	x	x	x
G30008	10	10	509,00	587,55	86,63
	7	10	215,00	587,55	36,60
G20004	5	10	293,00	587,55	49,87
x	10	12	x	x	x
F10014	7	12	287,00	587,55	48,85
x	5	12	x	x	x
x	10	14	x	x	x
E10017	7	14	246,00	587,55	41,86
E20014	5	14	240,00	587,55	40,85

Legenda :

x = nejsou pořizeny mikrosnímky, neproběhlo měření

Tab.16 : Hodnoty celkové plochy pórů, celkové plochy snímku a porozity – jehlové zvláknování, snímky jsou řazeny podle koncentrace.

Označení snímku	Vzdálenost elektrod [cm]	Koncentrace PVAL [%]	Celková plocha pórů [μm^2]	Celková plocha snímku [μm^2]	Porozita [%]
x	10	8	x	x	x
H20002	7	8	x	x	x
H30004	5	8	x	x	x
x	10	10	x	x	x
x	7	10	x	x	x
x	5	10	x	x	x
J10008	10	12	321,00	587,55	54,63
J20001	7	12	295,00	587,55	50,21
x	5	12	x	x	x
K10005	10	14	425,00	587,55	72,33
K20002	7	14	428,00	587,55	72,84
K30003	5	14	292,00	587,55	49,70

Legenda :

x = nejsou pořízeny mikrosnímky, neproběhlo měření

PŘÍLOHA č. 2

Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek A10002



Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	29	28	27	21	26	26,20
β_2	30	29	26	26	30	28,20
β_3	27	29	25	21	32	26,80
β_4	26	27	24	20	23	24,00

Obrázek 1: Mikrosnímek A10002 .

Tab .17 : Počty průsečíků sítě úhlů.

Legenda k tabulkám 17 – 39:

$\beta_1 = 0^\circ (180^\circ)$

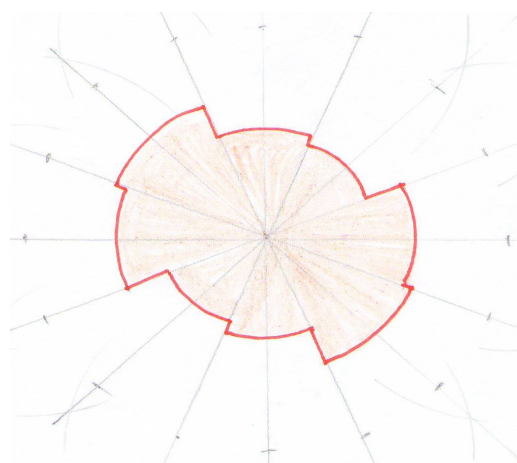
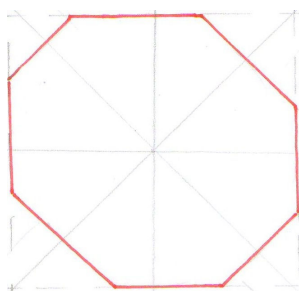
$\beta_2 = 45^\circ (225^\circ)$

$\beta_3 = 90^\circ (270^\circ)$

$\beta_4 = 135^\circ (315^\circ)$

1-5 = místa, kam se přikládá síť úhlů.

\bar{x} = statistický průměr



Obrázek 2 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku A10002.

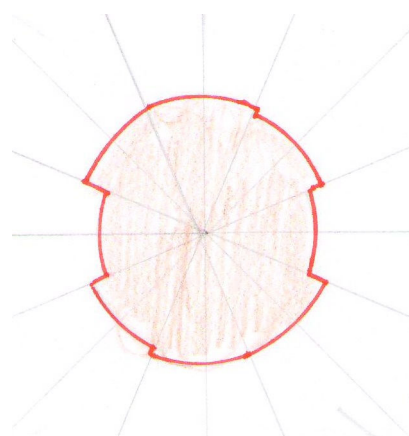
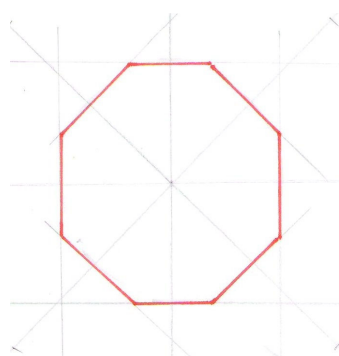
Anizotropie rovinných vlákných útvarů – mikrosnímek A20001



Obrázek 3 : Mikrosnímek A20001 .

Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	22	24	21	16	19	20,40
β_2	22	25	19	12	23	20,20
β_3	23	19	15	16	24	19,40
β_4	18	21	16	22	22	19,80

Tab. 18 : Počty průsečíků sítě úhlů.



Obrázek 4: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku A20001.

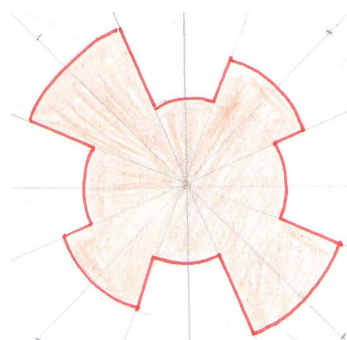
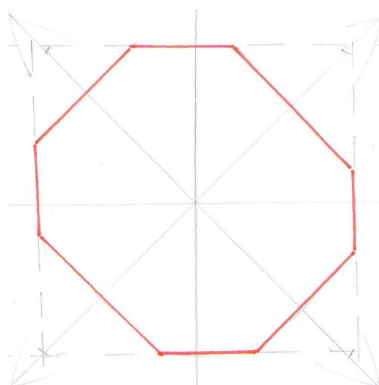
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek A30004



Obrázek 5 : Mikrosnímek A30004 .

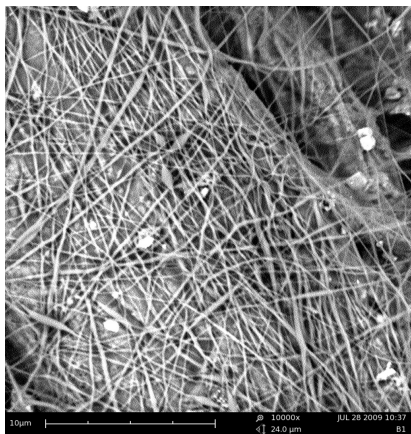
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	35	21	42	24	22	28,80
β_2	34	18	38	36	20	29,20
β_3	35	20	38	30	24	29,40
β_4	28	18	42	19	22	25,80

Tab. 19 : Počty průsečíků sítě úhlů.



Obrázek 6 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku A30004.

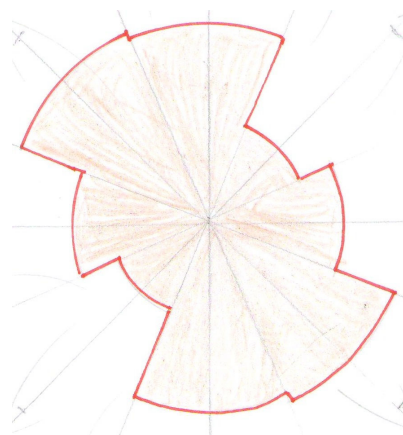
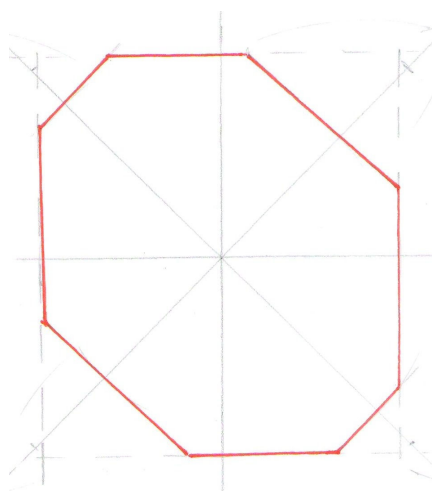
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek B10004



Obrázek 7: Mikrosnímek B10004.

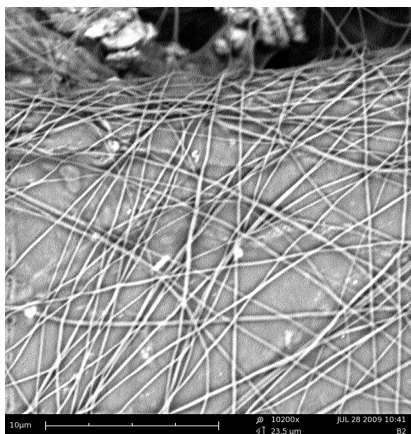
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	46	27	32	42	40	37,40
β_2	45	34	39	44	43	41,00
β_3	36	26	36	33	44	35,00
β_4	34	22	37	31	37	32,20

Tab. 20 : Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 8 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku B10004.

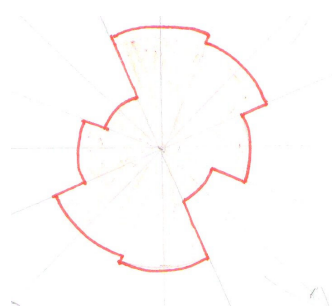
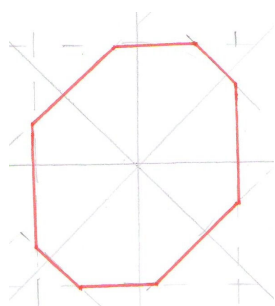
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek B20001



Obrázek 9 : Mikrosnímek B20001.

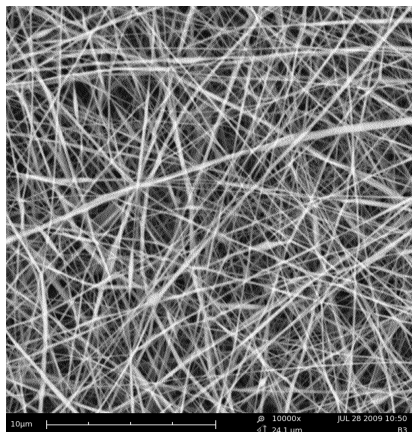
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	24	20	23	21	26	22,80
β_2	21	27	14	14	16	18,40
β_3	27	28	18	18	23	19,20
β_4	36	30	24	18	24	26,40

Tab. 21: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 10 : Steinerův kompekt a směrová růžice mikrosnímku B20001.

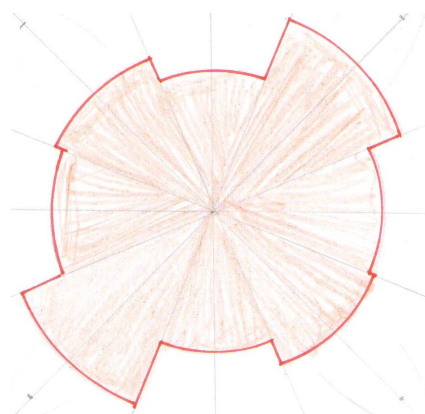
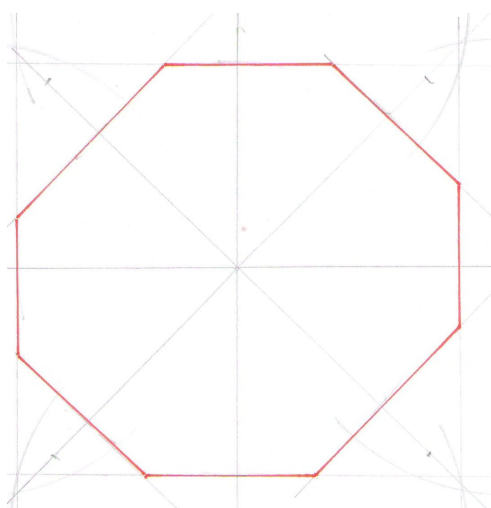
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek B30002



Obrázek 11: Mikrosnímek B30002

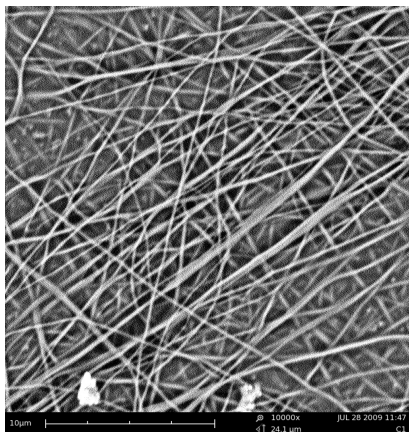
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	39	42	44	37	33	39,00
β_2	42	38	35	36	37	37,60
β_3	40	37	39	49	42	41,40
β_4	41	41	40	40	40	40,40

Tab. 22: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 12 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku B30002.

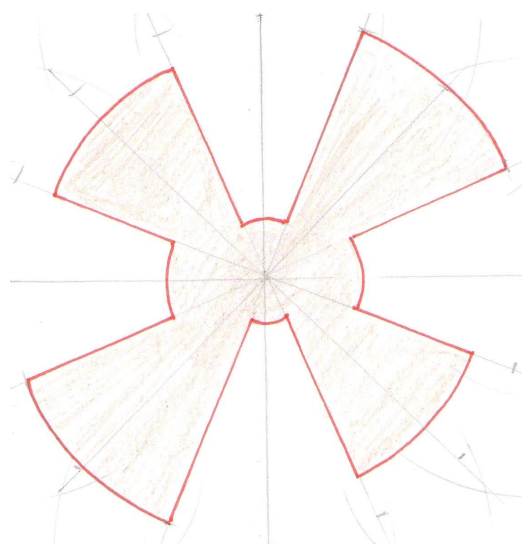
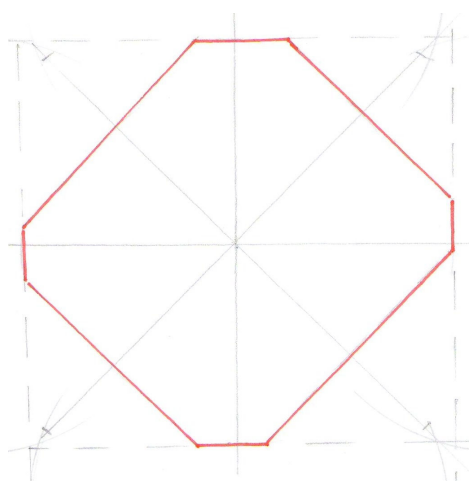
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek C10005



Obrázek 13: Mikrosnímek C10005.

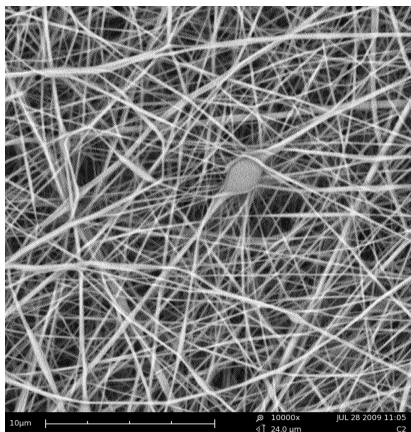
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	31	36	38	37	33	39,00
β_2	29	35	32	29	30	31,00
β_3	44	42	40	42	39	41,40
β_4	43	45	42	34	44	33,80

Tab. 23: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 14 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku C10005.

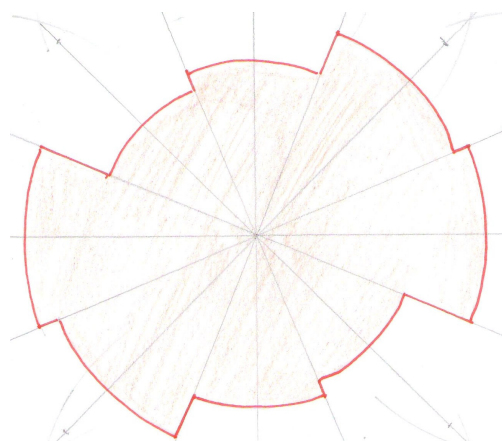
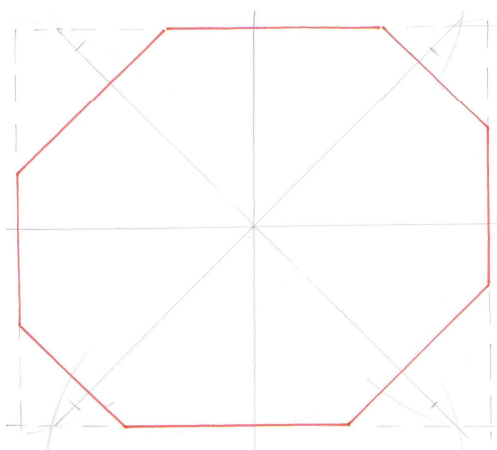
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek C20002



Obrázek 15: Mikrosnímek C20002.

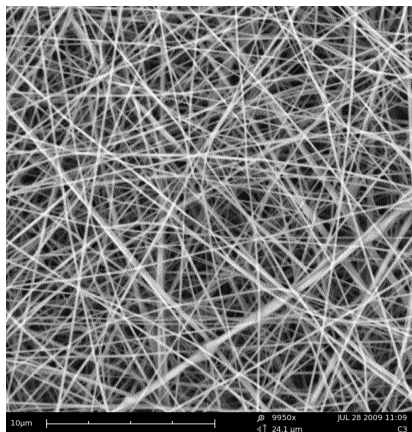
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	49	47	51	48	48	48,60
β_2	55	38	57	52	41	48,60
β_3	49	70	54	52	60	57,00
β_4	62	60	52	54	57	57,00

Tab. 24: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 16 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku C20002.

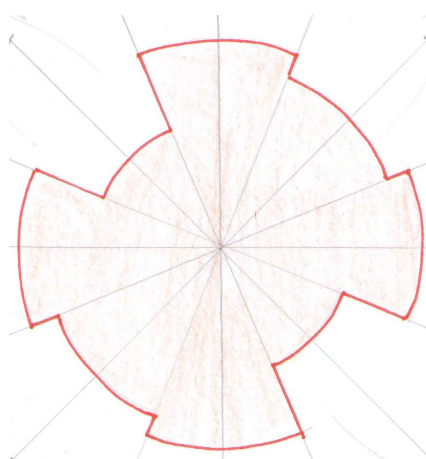
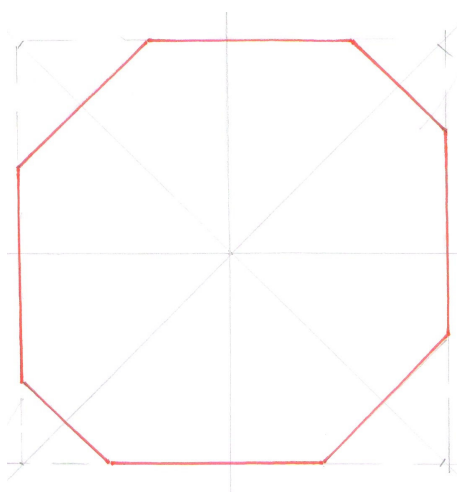
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek C30002



Obrázek 17 : Mikrosnímek C30002 .

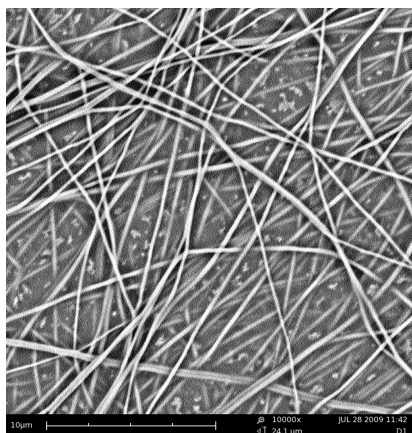
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	48	43	42	43	44	44,00
β_2	46	47	41	45	40	43,80
β_3	40	46	40	46	45	43,40
β_4	52	51	41	43	50	47,40

Tab. 25: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 18 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku C30002.

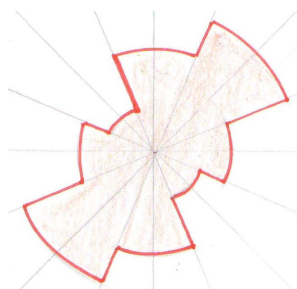
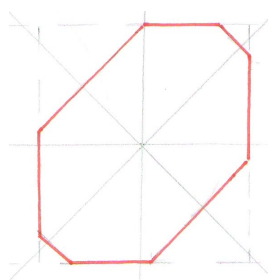
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek D10003



Obrázek 19 : Mikrosnímek D10003.

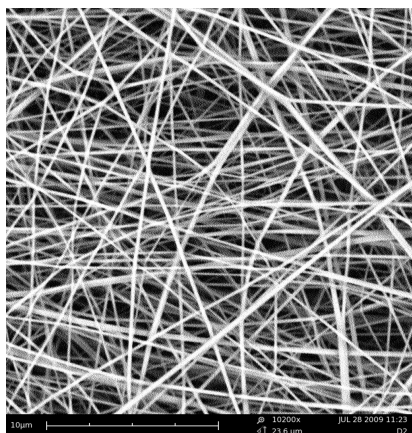
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	25	23	22	19	22	22,20
β_2	19	13	18	14	16	16,00
β_3	22	21	17	17	20	19,40
β_4	33	22	27	22	22	25,20

Tab. 26: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 20: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku D10003.

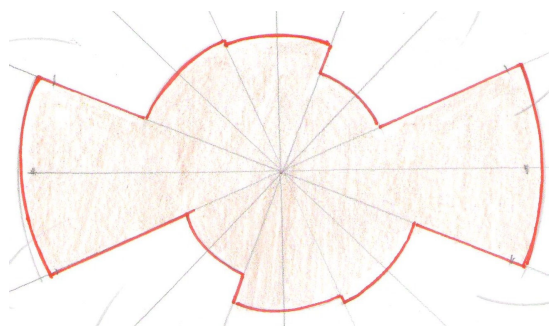
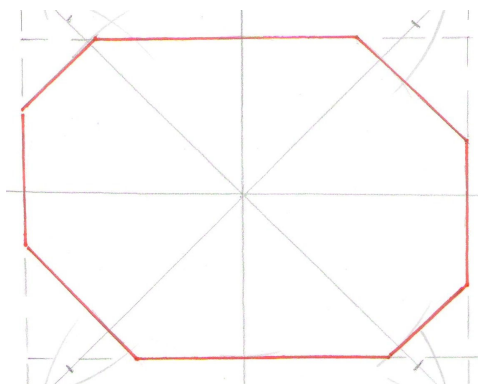
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek D20002



Obrázek 21: Mikrosnímek D20002.

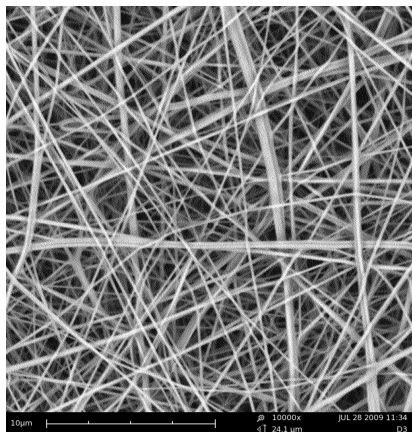
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	31	34	34	32	30	32,20
β_2	46	49	47	38	42	44,40
β_3	49	43	44	46	44	45,20
β_4	36	39	42	39	42	39,60

Tab. 27: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 22 : Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku D20002.

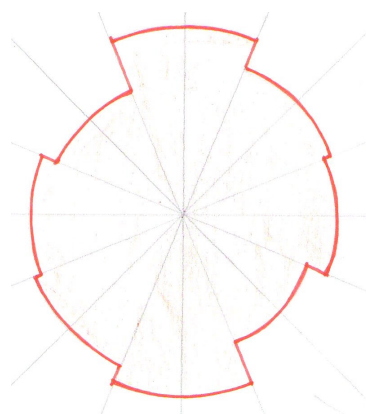
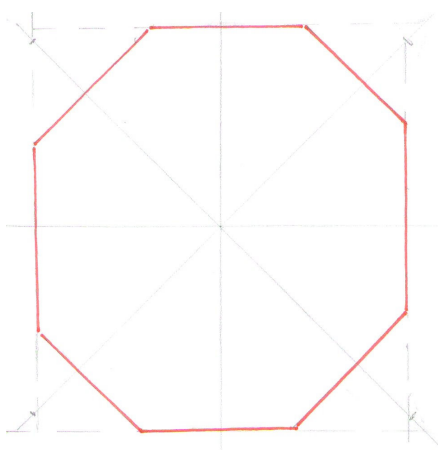
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek D30001



Obrázek 23: Mikrosnímek D30001.

Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	38	35	44	41	37	39,00
β_2	34	38	39	35	37	36,60
β_3	34	34	36	35	36	35,00
β_4	30	40	41	43	40	38,80

Tab. 28: Počty průsečíků sítě úhlů.



Obrázek 24: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku D30001.

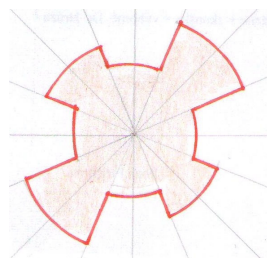
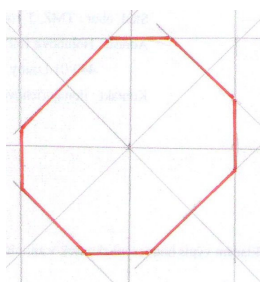
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek E10017



Obrázek 25: Mikrosnímek E10017.

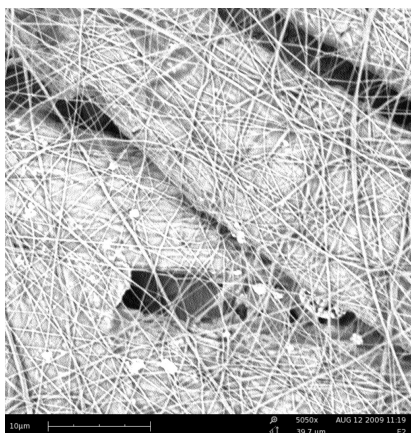
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	20	20	16	20	18	18,80
β_2	18	18	14	16	17	16,60
β_3	17	20	20	20	18	19,00
β_4	19	20	18	23	21	20,20

Tab. 29: Počty průsečíků sítě úhlů.



Obrázek 26: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku E10017.

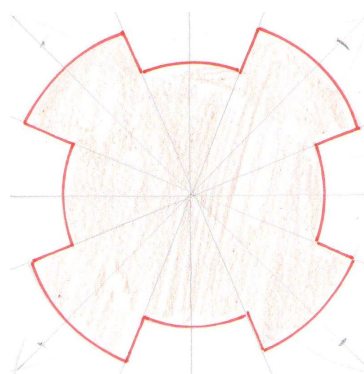
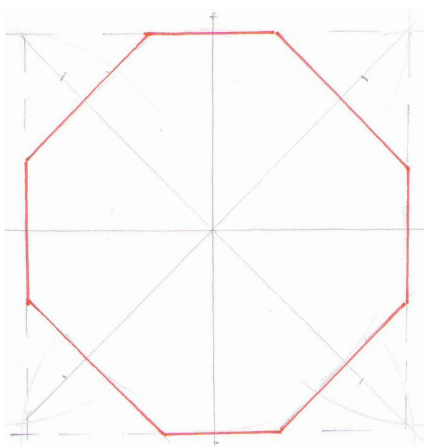
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek E20014



Obrázek 27: Mikrosnímek E20014

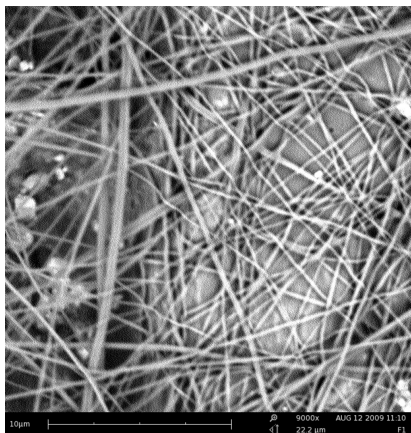
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	41	40	35	42	30	37,60
β_2	42	36	30	37	32	35,40
β_3	41	40	30	35	35	36,20
β_4	38	36	35	32	30	34,20

Tab. 30: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 28: Steinerův komplet a směrová růžice mikrosnímku E20014.

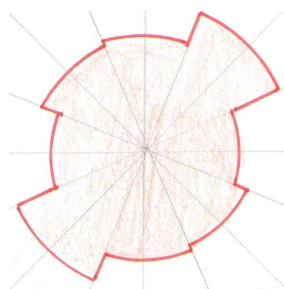
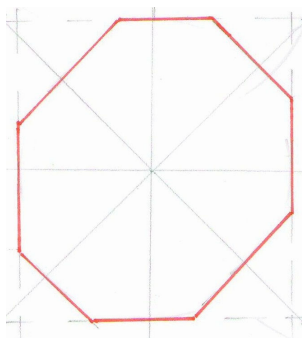
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek F10014



Obrázek 29: Mikrosnímek F10014.

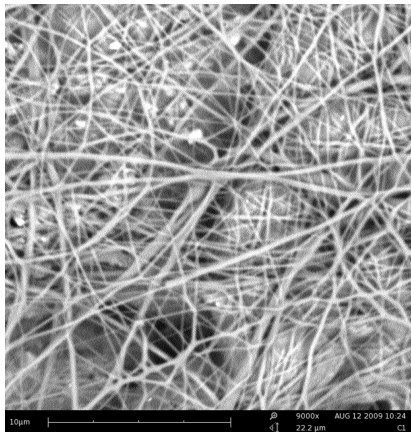
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	28	32	29	26	26	28,20
β_2	18	24	28	26	24	24,00
β_3	21	29	26	30	23	25,80
β_4	26	32	32	29	24	28,60

Tab. 31: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 30: Steinerův kompekt a směrová růžice mikrosnímku F10014.

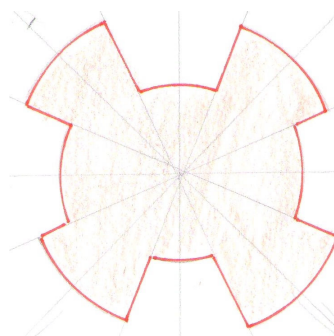
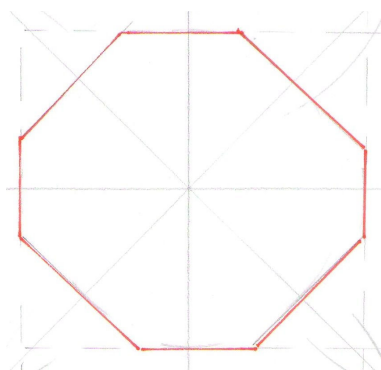
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek G11001(5)



Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	33	34	25	30	28	30,00
β_2	35	35	26	26	27	29,80
β_3	34	32	35	32	29	32,40
β_4	29	31	27	29	30	29,20

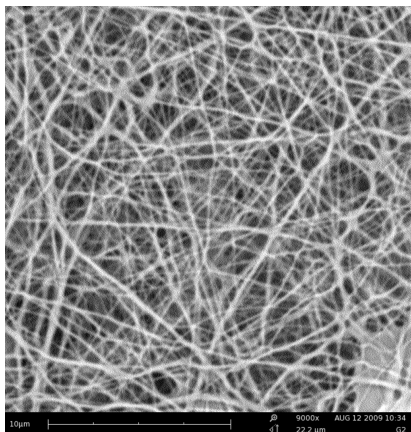
Obrázek 31: Mikrosnímek G11001(5).

Tab. 32: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 32: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku G11001(5).

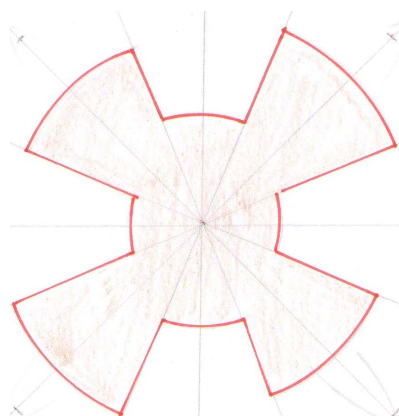
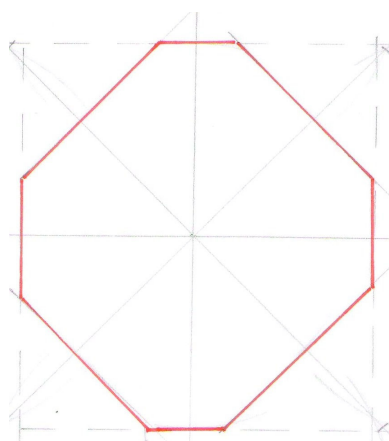
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek G20004



Obrázek 33: Mikrosnímek G20004.

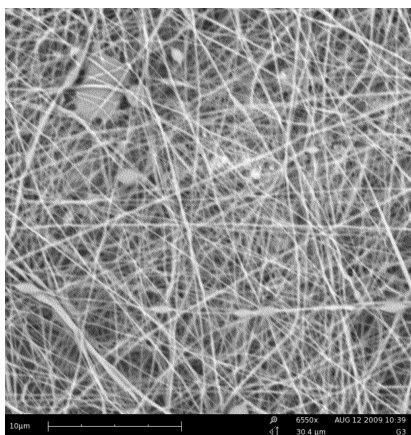
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	33	35	37	37	35	35,40
β_2	30	26	29	31	44	30,00
β_3	32	28	38	34	34	33,20
β_4	30	34	27	28	37	31,20

Tab. 33: Počty průsečíků sítě úhlů.



Obrázek 34: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku G20004.

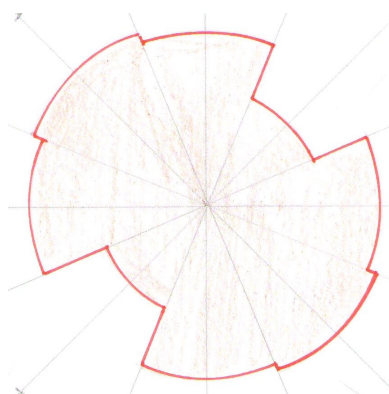
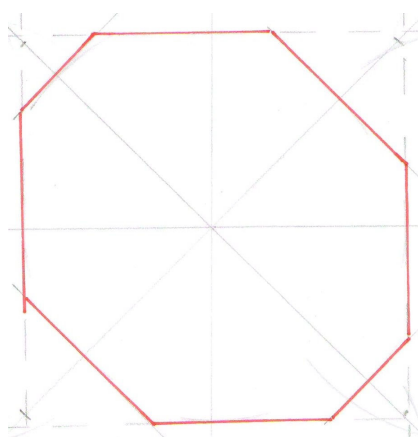
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek G30008



Obrázek 35: Mikrosnímek G30008.

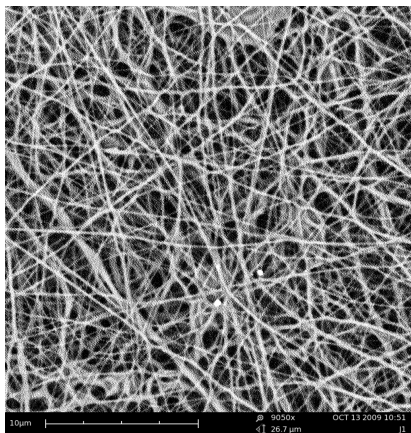
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	37	35	33	38	38	36,20
β_2	41	47	44	38	40	42,00
β_3	40	30	40	33	37	36,00
β_4	37	33	31	32	35	33,60

Tab. 34: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 36: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku G30008.

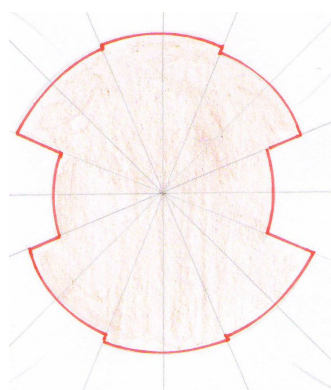
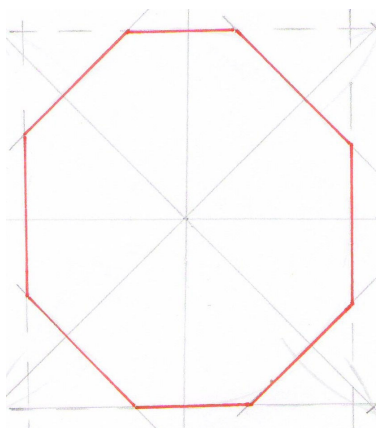
Anizotropie rovinných vlákenných útvarů – mikrosnímek J10008



Obrázek 37: Mikrosnímek J10008.

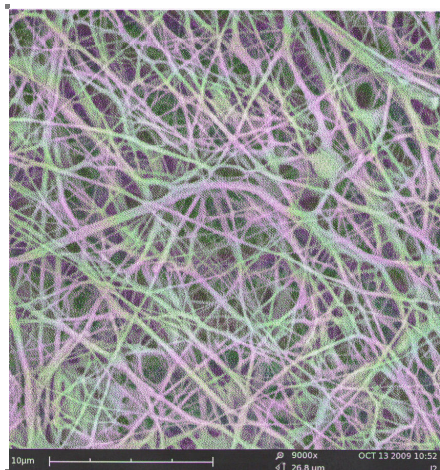
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	40	36	36	33	34	35,80
β_2	33	36	33	29	35	33,20
β_3	39	29	35	28	23	30,80
β_4	31	38	28	32	31	32,00

Tab. 35: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 38: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku J10008.

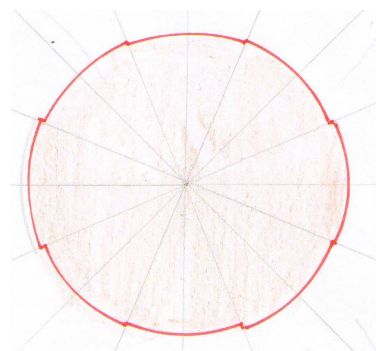
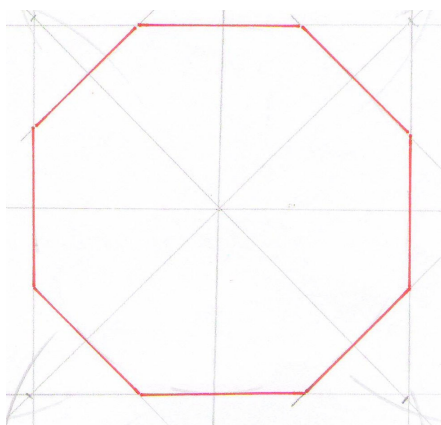
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek J20001



Obrázek 39: Mikrosnímek J20001.

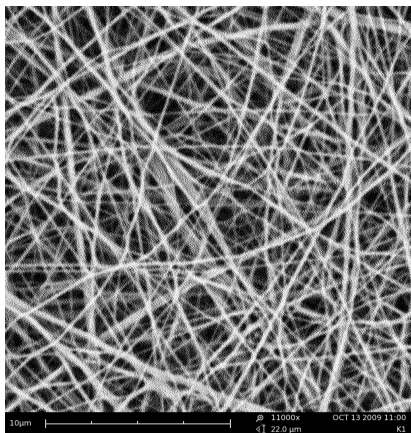
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	39	32	35	32	35	34,60
β_2	38	36	35	36	34	35,80
β_3	38	30	34	37	36	35,00
β_4	35	31	40	37	32	35,00

Tab. 36: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 40: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku J20001.

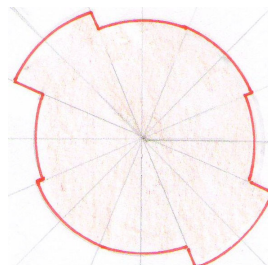
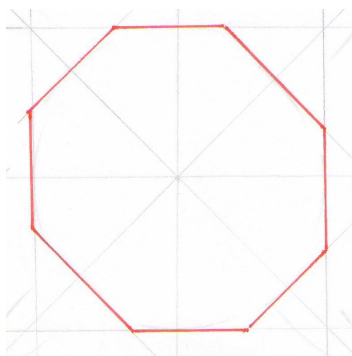
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek K10005



Obrázek 41: Mikrosnímek K10005.

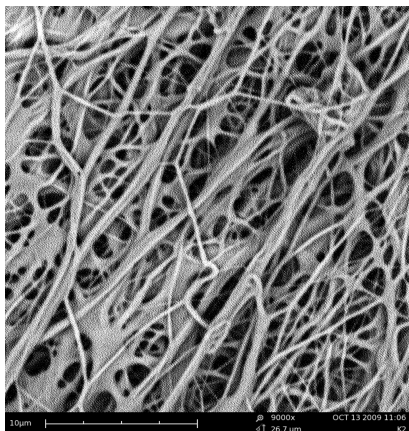
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	28	32	23	29	28	28,00
β_2	27	30	30	27	26	28,00
β_3	25	25	30	28	28	27,20
β_4	22	29	28	28	22	25,80

Tab. 37: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 42: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku K10005.

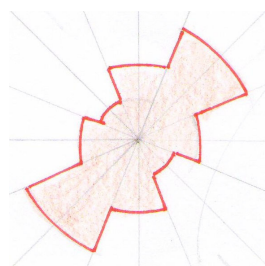
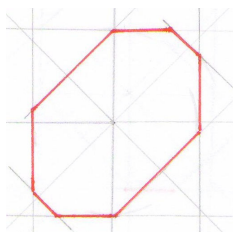
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek K20002



Obrázek 43: Mikrosnímek K20002.

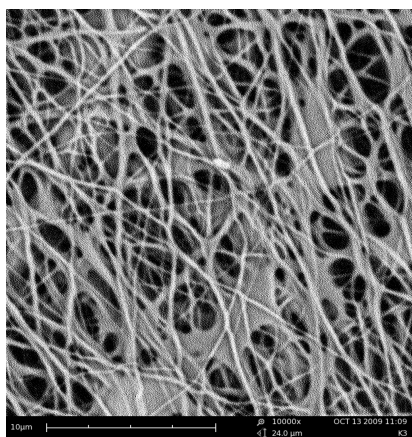
Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	20	16	15	17	16	16,80
β_2	16	14	8	9	8	11,00
β_3	21	12	11	22	9	15,00
β_4	24	17	18	21	19	19,80

Tab. 38: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 44: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku K20002.

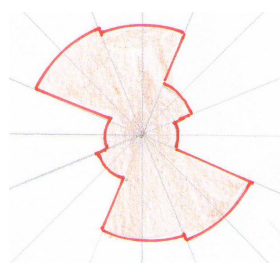
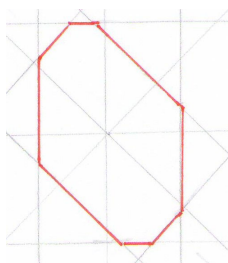
Anizotropie rovinných vláknenných útvarů – mikrosnímek K30003



Stupně úhlů	1	2	3	4	5	\bar{x}
β_1	24	17	23	17	23	20,80
β_2	21	21	20	12	23	19,40
β_3	15	11	12	13	14	13,00
β_4	17	13	10	12	13	13,00

Obrázek 45: Mikrosnímek K30003.

Tab. 39: Počty průsečíků sítě úhlů .



Obrázek 46: Steinerův kompakt a směrová růžice mikrosnímku K30003.